

日本国特許庁

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2000年 4月12日

出願番号  
Application Number: 特願2000-110584

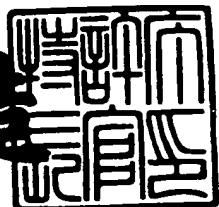
出願人  
Applicant(s): セイコーホームズ株式会社

CERTIFIED COPY OF  
PRIORITY DOCUMENT

2001年 3月 2日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3013887

【書類名】 特許願  
【整理番号】 J0078610  
【提出日】 平成12年 4月12日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 H01F 1/053  
【発明者】  
【住所又は居所】 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株  
式会社内  
【氏名】 新井 聖  
【発明者】  
【住所又は居所】 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株  
式会社内  
【氏名】 加藤 洋  
【特許出願人】  
【識別番号】 000002369  
【氏名又は名称】 セイコーエプソン株式会社  
【代表者】 安川 英昭  
【代理人】  
【識別番号】 100093388  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 鈴木 喜三郎  
【連絡先】 0266-52-3139  
【選任した代理人】  
【識別番号】 100095728  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 上柳 雅誉  
【選任した代理人】  
【識別番号】 100107261  
【弁理士】

【氏名又は名称】 須澤 修

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013044

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9711684

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 冷却ロール、薄帯状磁石材料、磁石粉末およびボンド磁石

【特許請求の範囲】

【請求項1】 磁石材料の溶湯をその周面に衝突させ、冷却固化して、薄帯状磁石材料を製造するための冷却ロールであって、

冷却ロールの周面上に、前記周面と前記溶湯のパドルとの間に侵入したガスを排出するガス抜き手段を設けたことを特徴とする冷却ロール。

【請求項2】 前記周面を形成する表面層を有し、前記表面層に前記ガス抜き手段を設けたものである請求項1に記載の冷却ロール。

【請求項3】 前記表面層は、セラミックスで構成される請求項2に記載の冷却ロール。

【請求項4】 前記表面層の平均厚さは、0.5～50μmである請求項2または3に記載の冷却ロール。

【請求項5】 前記表面層は、その表面に機械加工を行わないで形成されたものである請求項2ないし4のいずれかに記載の冷却ロール。

【請求項6】 前記周面の前記ガス抜き手段を除く部分の表面粗さRaは、0.05～5μmである請求項1ないし5のいずれかに記載の冷却ロール。

【請求項7】 前記ガス抜き手段は、少なくとも1本の溝である請求項1ないし6のいずれかに記載の冷却ロール。

【請求項8】 前記溝の平均幅は、0.5～90μmである請求項7に記載の冷却ロール。

【請求項9】 前記溝の平均深さは、0.5～20μmである請求項7または8に記載の冷却ロール。

【請求項10】 前記溝の長手方向と、冷却ロールの回転方向とのなす角は、30°以下である請求項7ないし9のいずれかに記載の冷却ロール。

【請求項11】 前記溝は、前記冷却ロールの回転軸を中心とする螺旋状に形成されたものである請求項7ないし10のいずれかに記載の冷却ロール。

【請求項12】 前記溝が並設されており、その平均ピッチは、0.5～100μmである請求項7ないし11のいずれかに記載の冷却ロール。

【請求項13】 前記溝は、前記周面の縁部に開口しているものである請求項7ないし12のいずれかに記載の冷却ロール。

【請求項14】 前記周面上における前記溝の占める投影面積の割合が10～99.5%である請求項7ないし13のいずれかに記載の冷却ロール。

【請求項15】 請求項1ないし14のいずれかに記載の冷却ロールを用いて製造されたことを特徴とする薄帯状磁石材料。

【請求項16】 平均厚さが8～50μmである請求項15に記載の薄帯状磁石材料。

【請求項17】 請求項15または16に記載の薄帯状磁石材料を粉碎して得られたことを特徴とする磁石粉末。

【請求項18】 磁石粉末は、その製造過程または製造後少なくとも1回熱処理が施されたものである請求項17に記載の磁石粉末。

【請求項19】 平均粒径が1～300μmである請求項17または18に記載の磁石粉末。

【請求項20】 磁石粉末は、ソフト磁性相とハード磁性相とを有する複合組織で構成されるものである請求項17ないし19のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項21】 前記ハード磁性相および前記ソフト磁性相の平均結晶粒径は、いずれも1～100nmである請求項20に記載の磁石粉末。

【請求項22】 請求項17ないし21のいずれかに記載の磁石粉末を結合樹脂で結合してなることを特徴とするボンド磁石。

【請求項23】 室温での固有保磁力 $H_{cJ}$ が320～1200kA/mである請求項22に記載のボンド磁石。

【請求項24】 最大磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ が40kJ/m<sup>3</sup>以上である請求項22または23に記載のボンド磁石。

#### 【発明の詳細な説明】

#### 【0001】

#### 【発明の属する技術分野】

本発明は、冷却ロール、薄帯状磁石材料、磁石粉末およびボンド磁石に関する

ものである。

【0002】

【従来の技術】

磁石材料として、希土類元素を含む合金で構成される希土類磁石材料は、高い磁気特性を有するため、モータ等に用いられた場合に、高性能を発揮する。

【0003】

このような磁石材料は、例えば急冷薄帯製造装置を用いた急冷法により製造される。以下、この製造方法を説明する。

【0004】

図20は、従来の磁石材料を単ロール法により製造する装置（急冷薄帯製造装置）における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図である。

【0005】

同図に示すように、所定の合金組成の磁石材料（以下「合金」と言う）を溶融し、その溶湯60を図示しないノズルから射出し、ノズルに対して図20中矢印A方向に回転している冷却ロール500の周面530に衝突させ、この周面530と接触させることにより合金を急冷、凝固し、薄帯状（リボン状）の合金を連続的に形成する。この薄帯状の合金は、急冷薄帯と呼ばれ、速い冷却速度で凝固された結果、そのミクロ組織は、非晶質相や微細結晶相からなる組織となっており、そのまま、または熱処理を施すことにより、優れた磁気特性を発揮する。なお、図20中、溶湯60の凝固界面710を点線で示す。

【0006】

ここで、希土類元素は、酸化され易く、酸化されると磁気特性が低下するため、前記急冷薄帯80の製造は、主として不活性ガス中で行われていた。

【0007】

そのため、周面530と溶湯60のパドル（湯溜り）70との間にガスが侵入し、急冷薄帯80のロール面（冷却ロール500の周面530と接触する面）810にディンプル（凹部）9を生じることがあった。この傾向は、冷却ロール500の周速度が大きくなるほど顕著となり、生じるディンプルの面積も大きくな

る。

#### 【0008】

このディンプル9（特に、巨大ディンプル）が生じると、ディンプル部分においては、ガスの介在により冷却ロール500の周面530との接触不良が生じ、冷却速度が低下して、急速な凝固が妨げられる。そのため、ディンプル9が生じた部位では、合金の結晶粒径が粗大化し、磁気特性が低下する。

#### 【0009】

このような低磁気特性の部分を含む急冷薄帯を粉碎して得られる磁石粉末は、磁気特性のバラツキが大きくなる。したがって、このような磁石粉末を用いて製造されたボンド磁石は、低い磁気特性しか得られず、また、耐食性も低下する。

#### 【0010】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、磁気特性が優れ、信頼性に優れた磁石を提供することができる冷却ロール、薄帯状磁石材料、磁石粉末およびボンド磁石を提供することにある。

#### 【0011】

##### 【課題を解決するための手段】

このような目的は、下記（1）～（24）の本発明により達成される。

#### 【0012】

（1） 磁石材料の溶湯をその周面に衝突させ、冷却固化して、薄帯状磁石材料を製造するための冷却ロールであって、

冷却ロールの周面上に、前記周面と前記溶湯のパドルとの間に侵入したガスを排出するガス抜き手段を設けたことを特徴とする冷却ロール。

#### 【0013】

（2） 前記周面を形成する表面層を有し、前記表面層に前記ガス抜き手段を設けたものである上記（1）に記載の冷却ロール。

#### 【0014】

（3） 前記表面層は、セラミックスで構成される上記（2）に記載の冷却ロール。

## 【0015】

(4) 前記表面層の平均厚さは、0.5~50  $\mu\text{m}$ である上記(2)または(3)に記載の冷却ロール。

## 【0016】

(5) 前記表面層は、その表面に機械加工を行わないで形成されたものである上記(2)ないし(4)のいずれかに記載の冷却ロール。

## 【0017】

(6) 前記周面の前記ガス抜き手段を除く部分の表面粗さ  $R_a$  は、0.05~5  $\mu\text{m}$ である上記(1)ないし(5)のいずれかに記載の冷却ロール。

## 【0018】

(7) 前記ガス抜き手段は、少なくとも1本の溝である上記(1)ないし(6)のいずれかに記載の冷却ロール。

## 【0019】

(8) 前記溝の平均幅は、0.5~90  $\mu\text{m}$ である上記(7)に記載の冷却ロール。

## 【0020】

(9) 前記溝の平均深さは、0.5~20  $\mu\text{m}$ である上記(7)または(8)に記載の冷却ロール。

## 【0021】

(10) 前記溝の長手方向と、冷却ロールの回転方向とのなす角は、30°以下である上記(7)ないし(9)のいずれかに記載の冷却ロール。

## 【0022】

(11) 前記溝は、前記冷却ロールの回転軸を中心とする螺旋状に形成されたものである上記(7)ないし(10)のいずれかに記載の冷却ロール。

## 【0023】

(12) 前記溝が並設されており、その平均ピッチは、0.5~100  $\mu\text{m}$ である上記(7)ないし(11)のいずれかに記載の冷却ロール。

## 【0024】

(13) 前記溝は、前記周面の縁部に開口しているものである上記(7)な

いし（12）のいずれかに記載の冷却ロール。

【0025】

（14） 前記周面上における前記溝の占める投影面積の割合が10～99.5%である上記（7）ないし（13）のいずれかに記載の冷却ロール。

【0026】

（15） 上記（1）ないし（14）のいずれかに記載の冷却ロールを用いて製造されたことを特徴とする薄帯状磁石材料。

【0027】

（16） 平均厚さが8～50μmである上記（15）に記載の薄帯状磁石材料。

【0028】

（17） 上記（15）または（16）に記載の薄帯状磁石材料を粉碎して得られたことを特徴とする磁石粉末。

【0029】

（18） 磁石粉末は、その製造過程または製造後少なくとも1回熱処理が施されたものである上記（17）に記載の磁石粉末。

【0030】

（19） 平均粒径が1～300μmである上記（17）または（18）に記載の磁石粉末。

【0031】

（20） 磁石粉末は、ソフト磁性相とハード磁性相とを有する複合組織で構成されるものである上記（17）ないし（19）のいずれかに記載の磁石粉末。

【0032】

（21） 前記ハード磁性相および前記ソフト磁性相の平均結晶粒径は、いずれも1～100nmである上記（20）に記載の磁石粉末。

【0033】

（22） 上記（17）ないし（21）のいずれかに記載の磁石粉末を結合樹脂で結合してなることを特徴とするボンド磁石。

【0034】

(23) 室温での固有保磁力  $H_{cJ}$  が  $320 \sim 1200 \text{ kA/m}$  である上記(22)に記載のボンド磁石。

【0035】

(24) 最大磁気エネルギー積  $(BH)_{\max}$  が  $40 \text{ kJ/m}^3$  以上である上記(22)または(23)に記載のボンド磁石。

【0036】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の冷却ロール、薄帯状磁石材料、磁石粉末およびボンド磁石の実施の形態について、詳細に説明する。

【0037】

【冷却ロールの構造】

図1は、本発明の冷却ロールの第1実施形態と、その冷却ロールを用い、単ロール法により薄帯状磁石材料を製造する装置(急冷薄帯製造装置)の構成例とを示す斜視図、図2は、図1に示す冷却ロールの正面図、図3は、図1に示す冷却ロールの拡大断面図である。

【0038】

冷却ロール5の周面53には、周面53と溶湯6のパドル(湯溜り)7との間に侵入したガスを排出するガス抜き手段が設けられている。

【0039】

ガス抜き手段により、周面53とパドル7との間からガスが排出されると、周面53とパドル7との密着性が向上する(巨大ディンプルの発生が防止される)。これにより、パドル7の各部位における冷却速度の差は小さくなる。このため、得られる急冷薄帯8における結晶粒径のバラツキが小さくなり、結果として、磁気特性のバラツキが小さい急冷薄帯8が得られる。

【0040】

図示の構成では、ガス抜き手段として、溝54が形成されている。溝54は、冷却ロールの回転方向に対し、ほぼ平行に形成されている。ガス抜き手段がこのような溝であると、周面53とパドル7との間から溝54に送り込まれたガスが溝54の長手方向に沿って移動するため、周面53とパドル7との間に侵入した

ガスの排出効率は、特に高く、周面53に対するパドル7の密着性が向上する。

【0041】

図示の構成では、溝54は複数本形成されているが、少なくとも1本形成されればよい。

【0042】

溝54の幅（周面53へ開口している部分での幅） $L_1$ の平均値は、0.5～90μmであるのが好ましく、1～50μmであるのがより好ましく、3～25μmであるのがさらに好ましい。溝54の幅 $L_1$ の平均値が下限値未満であると、周面53とパドル7との間に侵入したガスを十分に排出できない場合がある。一方、溝54の幅 $L_1$ の平均値が上限値を超えると、溶湯6が溝54に入り込み、溝54がガス抜き手段として機能しない場合がある。

【0043】

溝54の深さ（最大深さ） $L_2$ の平均値は、0.5～20μmであるのが好ましく、1～10μmであるのがより好ましい。溝54の深さ $L_2$ の平均値が下限値未満であると、周面53とパドル7との間に侵入したガスを十分に排出できない場合がある。一方、溝54の深さ $L_2$ の平均値が上限値を超えると、溝部分を流れるガス流の流速が増大するとともに、渦を伴う乱流となり易くなり、急冷薄帯8の表面に巨大ディンプルが発生し易くなる。

【0044】

並設されている溝54のピッチ $L_3$ の平均値は、0.5～100μmであるのが好ましく、3～50μmであるのがより好ましい。溝54の平均ピッチがこのような範囲の値であると、溝54がガス抜き手段として十分に機能し、かつパドル7との接触部分－非接触部分の間隔が十分小さくなる。その結果、パドル7において、周面53と接触している部分と接触していない部分との冷却速度の差は、十分小さくなり、得られる急冷薄帯8の結晶粒径、磁気特性のバラツキは小さくなる。

【0045】

周面53上における溝54の占める投影面積（周面に投影したときの面積）の割合は、10～99.5%であるのが好ましく、30～95%であるのがより好

ましい。周面53上における溝54の占める投影面積の割合が下限値未満であると、急冷薄帯8のロール面81では、冷却速度が大きくなり非晶質化しやすくなるのに対し、フリー面82ではロール面81に比べて冷却速度が遅いため結晶粒径の粗大化を招き、結果として磁気特性が低下する場合がある。一方、周面53上における溝54の占める投影面積の割合が上限値を超えると、冷却速度が小さくなり、結晶粒径の粗大化を招き、結果として磁気特性が低下する場合がある。

## 【0046】

溝54の形成方法は、特に限定されないが、例えば、切削、転写（圧転）、研削、プラス処理等の各種機械加工、レーザー加工、放電加工、化学エッチング等が挙げられる。その中でも、溝の幅、深さ、並設された溝のピッチ等の精度を高くすることが比較的容易である点で、機械加工、特に、切削であるのが好ましい。

## 【0047】

## [表面粗さ]

周面53の溝54を除く部分の表面粗さRaは、特に限定されないが、0.05~5μmであるのが好ましく、0.07~2μmであるのがより好ましい。表面粗さRaが下限値未満であると、冷却ロール5とパドル7との密着性が低下し、巨大ディンプルの発生を十分に抑制できない可能性がある。一方、表面粗さRaが上限値を超えると、急冷薄帯8の厚さのバラツキが顕著となり、結晶粒径のバラツキ、磁気特性のバラツキが大きくなる可能性がある。

## 【0048】

## [冷却ロールの材質]

冷却ロール5は、基部51と、冷却ロール5の周面53を形成する表面層52とで構成されている。

## 【0049】

表面層52は、基部51と同じ材質で一体構成されていてもよいが、基部51の構成材料より熱伝導率の小さい材質で構成されているのが好ましい。

## 【0050】

基部51の構成材料は、特に限定されないが、表面層52の熱をより速く放散

できるように、例えば銅または銅系合金のような熱伝導率の高い金属材料で構成されているのが好ましい。

【0051】

また、表面層52の構成材料としては、例えば、Cr、Ni、Pd、W等、またはこれらを含む合金等の金属薄層や金属酸化物層、セラミックス等が挙げられる。その中でも、特に、急冷薄帯8のロール面81とフリー面82との冷却速度の差をより小さくできるという点で、セラミックスであるのが好ましい。

【0052】

セラミックスとしては、例えば、 $Al_2O_3$ 、 $SiO_2$ 、 $TiO_2$ 、 $Ti_2O_3$ 、 $ZrO_2$ 、 $Y_2O_3$ 、チタン酸バリウム、チタン酸ストロンチウム等の酸化物系セラミックス、 $AlN$ 、 $Si_3N_4$ 、 $TiN$ 、 $BN$ 等の窒化物系セラミックス、グラファイト、 $SiC$ 、 $ZrC$ 、 $Al_4C_3$ 、 $CaC_2$ 、 $WC$ 等の炭化物系のセラミックス、あるいは、これらのうちの2以上を任意に組合せた複合セラミックスが挙げられる。

【0053】

また、表面層52は、図示のような单層のみならず、例えば組成の異なる複数の層の積層体であってもよい。この場合、隣接する層同士は、密着性の高いものが好ましく、その例としては、隣接する層同士に同一の元素が含まれているものが挙げられる。

【0054】

また、表面層52が单層で構成されている場合でも、その組成は、厚さ方向に均一なものに限らず、例えば、含有成分が厚さ方向に順次変化するもの（傾斜材料）であってもよい。

【0055】

表面層52の平均厚さ（前記積層体の場合はその合計厚さ）は、特に限定されないが、 $0.5 \sim 50 \mu m$ であることが好ましく、 $1 \sim 20 \mu m$ であることがより好ましい。

【0056】

表面層52の平均厚さが下限値未満であると、次のような問題が生じる。すな

わち、表面層52の材質によっては、冷却能が大きすぎて、厚さがかなり大きい急冷薄帯8でもロール面81では冷却速度が大きく、非晶質になり易くなる。一方、フリー面82では急冷薄帯8の熱伝導率が比較的小さいので急冷薄帯8の厚さが大きいほど冷却速度が小さくなり、その結果、結晶粒径の粗大化が起こり易くなる。すなわち、フリー面82では粗大粒、ロール面81では非晶質といった急冷薄帯となり易くなり、満足な磁気特性が得られない場合がある。また、フリー面82での結晶粒径を小さくするために、例えば、冷却ロール5の周速度を大きくして、急冷薄帯8の厚さを小さくしたとしても、ロール面81での非晶質がよりランダムなものとなり、急冷薄帯8の作成後に、熱処理を施したとしても、十分な磁気特性が得られない場合がある。

#### 【0057】

また、表面層52の平均厚さが上限値を超えると、急冷速度が遅く、結晶粒径の粗大化が起こり、結果として磁気特性が低下する場合がある。

#### 【0058】

基部51の外周面上に表面層52が設けられる場合（表面層52が基部51と一体形成されていない場合）、溝54は、表面層に直接、前述した方法により形成されたものであっても、そうでなくてもよい。すなわち、図4に示すように、表面層52を設けた後、その表面層に前述した方法により溝54を形成してもよいが、図5に示すように、基部51の外周面上に、前述した方法により溝を形成した後、表面層52を形成してもよい。この場合、表面層52の厚さを基部51に形成された溝の深さに比べて小さくすることにより、結果として、表面層52の表面に機械加工を施すことなく、周面53上にガス抜き手段である溝54が形成される。この場合、表面層52の表面に機械加工等が施されないため、その後、研磨等が施されなくても周面53の表面粗さRaを比較的小さくすることができる。

#### 【0059】

なお、図3（後述する図10、図12、図14、図16、図17も同様）は、冷却ロールの周面付近の断面形状を説明するための図であり、基部と表面層との境界は、省略して示した。

## 【0060】

表面層52の形成方法は、特に限定されないが、熱CVD、プラズマCVD、レーザーCVDなどの化学蒸着法(CVD)または真空蒸着、スパッタリング、イオンプレーティングなどの物理蒸着法(PVD)が好ましい。これらの方法を用いた場合、比較的容易に、表面層の厚さを均一にすることができるため、表面層52の形成後、その表面に機械加工を行わなくてよい。なお、表面層52は、その他、電解メッキ、浸漬メッキ、無電解メッキ、溶射等の方法で形成されてもよい。

## 【0061】

## [磁石材料の合金組成]

本発明における薄帯状磁石材料や磁石粉末としては、優れた磁気特性を有するものが好ましく、このようなものとしては、R(ただし、Rは、Yを含む希土類元素のうちの少なくとも1種)を含む合金、特にR(ただし、Rは、Yを含む希土類元素のうちの少なくとも1種)とTM(ただし、TMは、遷移金属のうちの少なくとも1種)とB(ボロン)とを含む合金が挙げられ、次の[1]～[5]の組成のものが好ましい。

## 【0062】

[1] Smを主とする希土類元素と、Coを主とする遷移金属とを基本成分とするもの(以下、Sm-Co系合金と言う)。

## 【0063】

[2] R(ただし、Rは、Yを含む希土類元素のうちの少なくとも1種)と、Feを主とする遷移金属(TM)と、Bとを基本成分とするもの(以下、R-TM-B系合金と言う)。

## 【0064】

[3] Smを主とする希土類元素と、Feを主とする遷移金属と、Nを主とする格子間元素とを基本成分とするもの(以下、Sm-Fe-N系合金と言う)

。

## 【0065】

[4] R(ただし、Rは、Yを含む希土類元素のうち少なくとも1種)とF

e等の遷移金属とを基本成分とし、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して（粒界相を介して隣接する場合も含む）存在する複合組織（特に、ナノコンポジット組織と呼ばれるものがある）を有するもの。

## 【0066】

[5] 前記[1]～[4]の組成のもののうち、少なくとも2種を混合したもの。この場合、混合する各磁石粉末の利点を併有することができ、より優れた磁気特性を容易に得ることができる。

## 【0067】

Sm-Co系合金の代表的なものとしては、 $SmCo_5$ 、 $Sm_2TM_{17}$ （ただしTMは、遷移金属）が挙げられる。

## 【0068】

R-Fe-B系合金の代表的なものとしては、Nd-Fe-B系合金、Pr-Fe-B系合金、Nd-Pr-Fe-B系合金、Nd-Dy-Fe-B系合金、Ce-Nd-Fe-B系合金、Ce-Pr-Nd-Fe-B系合金、これらにおけるFeの一部をCo、Ni等の他の遷移金属で置換したもの等が挙げられる。

## 【0069】

Sm-Fe-N系合金の代表的なものとしては、 $Sm_2Fe_{17}$ 合金を窒化して作製した $Sm_2Fe_{17}N_3$ 、 $TbCu_7$ 型相を主相とするSm-Zr-Fe-Co-N系合金が挙げられる。ただし、これらSm-Fe-N系合金の場合、Nは、急冷薄帯を作製した後、得られた急冷薄帯に適切な熱処理を施し、窒化することにより格子間原子として導入されるのが一般的である。

## 【0070】

前記希土類元素としては、Y、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、ミッシュメタルが挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。また、前記遷移金属としては、Fe、Co、Ni等が挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。

## 【0071】

また、保磁力、最大磁気エネルギー積等の磁気特性を向上させるため、あるいは

は、耐熱性、耐食性を向上させるために、磁石材料中には、必要に応じ、A1、Cu、Ga、Si、Ti、V、Ta、Zr、Nb、Mo、Hf、Ag、Zn、P、Ge、Cr、W等を含有することもできる。

#### 【0072】

前記複合組織（ナノコンポジット組織）は、ソフト磁性相10とハード磁性相11とが、例えば、図6、図7または図8に示すようなパターン（モデル）で存在しており、各相の厚さや粒径がナノメーターレベルで存在している。そして、ソフト磁性相10とハード磁性相11とが相隣接し（粒界相を介して隣接する場合も含む）、磁気的な交換相互作用を生じる。

#### 【0073】

ソフト磁性相の磁化は、外部磁界の作用により容易にその向きを変えるので、ハード磁性相に混在すると、系全体の磁化曲線はB-H図（J-H図）の第二象限で段のある「へび型曲線」となる。しかし、ソフト磁性相のサイズが数10nm以下と十分小さい場合には、ソフト磁性体の磁化が周囲のハード磁性体の磁化との結合によって十分強く拘束され、系全体がハード磁性体として振舞うようになる。

#### 【0074】

このような複合組織（ナノコンポジット組織）を持つ磁石は、主に、以下に挙げる特徴1)～5)を有している。

#### 【0075】

- 1) B-H図（J-H図）の第二象限で、磁化が可逆的にスプリングバックする（この意味で「スプリング磁石」とも言う）。
- 2) 着磁性が良く、比較的低い磁場で着磁できる。
- 3) 磁気特性の温度依存性がハード磁性相単独の場合に比べて小さい。
- 4) 磁気特性の経時変化が小さい。
- 5) 微粉碎しても磁気特性が劣化しない。

#### 【0076】

このように、複合組織で構成される磁石は、優れた磁気特性を有する。したがって、磁石粉末は、このような複合組織を有するものであるのが特に好ましい。

## 【0077】

なお、図6～図8に示すパターンは、一例であって、これらに限られるものではない。

## 【0078】

## 【薄帯状磁石材料の製造】

次に、前述した冷却ロール5を用いた薄帯状磁石材料の製造について説明する。

## 【0079】

薄帯状磁石材料は、磁石材料の溶湯を冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化することにより製造される。以下、その一例について説明する。

## 【0080】

図1に示すように、急冷薄帯製造装置1は、磁石材料を収納し得る筒体2と、該筒体2に対し図中矢印A方向に回転する冷却ロール5とを備えている。筒体2の下端には、磁石材料（合金）の溶湯6を射出するノズル（オリフィス）3が形成されている。

## 【0081】

筒体2のノズル3近傍の外周には、筒体2内の磁石材料を加熱（誘導加熱）するための加熱用のコイル4が配置されている。

## 【0082】

このような急冷薄帯製造装置1は、チャンバー（図示せず）内に設置され、該チャンバー内に不活性ガスやその他の雰囲気ガスが充填された状態で作動する。特に、急冷薄帯8の酸化を防止するために、雰囲気ガスは、不活性ガスであるのが好ましい。不活性ガスとしては、例えばアルゴンガス、ヘリウムガス、窒素ガス等が挙げられる。

## 【0083】

雰囲気ガスの圧力は、特に限定されないが、1～760Torrであるのが好ましい。

## 【0084】

筒体2内の溶湯6の液面には、チャンバーの内圧より高い所定の圧力がかけら

れている。溶湯6は、この筒体2内の溶湯6の液面に作用する圧力と筒体2内における液面の高さに比例してかかる圧力の和と、チャンバー内の雰囲気ガスの圧力との差圧により、ノズル3から射出する。

#### 【0085】

溶湯噴射圧（筒体2内の溶湯6の液面に作用する圧力と筒体2内における液面の高さに比例してかかる圧力の和と、チャンバー内の雰囲気ガスの圧力との差圧）は、特に限定されないが、10～100kPaであるのが好ましい。

#### 【0086】

急冷薄帯製造装置1では、筒体2内に磁石材料を入れ、コイル4により加熱して溶融し、その溶湯6をノズル3から射出すると、図1に示すように、溶湯6は、冷却ロール5の周面53に衝突し、パドル（湯溜り）7を形成した後、回転する冷却ロール5の周面53に引きずられつつ急速に冷却されて凝固し、急冷薄帯8が連続的または断続的に形成される。このとき、パドル7と周面53との間に侵入したガスは、溝54（ガス抜き手段）を介して外部に排出される。このようにして形成された急冷薄帯8は、やがて、そのロール面81が周面53から離れ、図1中の矢印B方向に進行する。

#### 【0087】

このように、周面53上にガス抜き手段が設けられることにより、周面53とパドル7との密着性が向上し（巨大ディンプルの発生が防止され）、パドル7の不均一な冷却が防止される。その結果、結晶粒径のバラツキの小さい、高い磁気特性を有する急冷薄帯8が得られる。

#### 【0088】

また、急冷薄帯8を実際に製造するに際しては、必ずしもノズル3を冷却ロール5の回転軸50の真上に設置しなくてもよい。

#### 【0089】

冷却ロール5の周速度は、合金溶湯の組成、表面層52の構成材料（組成）、周面53の表面性状（特に、周面53の溶湯6に対する濡れ性）等によりその好適な範囲が異なるが、磁気特性向上のために、通常、5～60m/秒であるのが好ましく、10～40m/秒であるのがより好ましい。冷却ロール5の周速度が

下限値未満であると、溶湯6の冷却速度が低下し、結晶粒径が増大する傾向を示し、磁気特性が低下する場合がある。一方、冷却ロール5の周速度が上限値を超えると、逆に冷却速度が大きくなり、非晶質組織が占める割合が大きくなり、その後に、後述する熱処理を施したとしても、磁気特性が十分に向上しない場合がある。

#### 【0090】

以上のようにして得られた急冷薄帯8は、その幅wおよび厚さができるだけ均一であるものが好ましい。この場合、急冷薄帯8の平均厚さtは、8～50μm程度であるのが好ましく、10～40μm程度であるのがより好ましい。平均厚さtが下限値未満であると、非晶質組織が占める割合が大きくなり、その後に、後述する熱処理を施したとしても磁気特性が十分に向上しない場合がある。単位時間当たりの生産性も低下する。一方、平均厚さtが上限値を超えると、フリーアンダーセン82側の結晶粒径が粗大化する傾向を示すため、磁気特性が低下する場合がある。

#### 【0091】

なお、得られた急冷薄帯8に対しては、例えば、非晶質組織（アモルファス組織）の再結晶化の促進、組織の均質化等を目的として、熱処理を施すこともできる。この熱処理の条件としては、例えば、400～900℃で、0.5～300分程度とすることができる。

#### 【0092】

また、この熱処理は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中の非酸化性雰囲気中で行うのが好ましい。

#### 【0093】

以上のようにして得られた急冷薄帯（薄帯状磁石材料）8は、微細結晶組織、もしくは微細結晶が非晶質組織中に含まれるような組織となり、優れた磁気特性が得られる。

#### 【0094】

なお、以上では、急冷法として、単ロール法を例に説明したが、双ロール法を

採用してもよい。このような急冷法は、金属組織（結晶粒）を微細化することができるので、ボンド磁石の磁石特性、特に保磁力等を向上させるのに有効である。

【0095】

[磁石粉末の製造]

以上のようにして製造された急冷薄帯8を粉碎することにより、本発明の磁石粉末が得られる。

【0096】

粉碎の方法は、特に限定されず、例えばボールミル、振動ミル、ジェットミル、ピンミル等の各種粉碎装置、破碎装置を用いて行うことができる。この場合、粉碎は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うこともできる。

【0097】

磁石粉末の平均粒径は、特に限定されないが、後述するボンド磁石（希土類ボンド磁石）を製造するためのものの場合、磁石粉末の酸化防止と、粉碎による磁気特性劣化の防止とを考慮して、 $1 \sim 300 \mu\text{m}$ であるのが好ましく、 $5 \sim 150 \mu\text{m}$ であるのがより好ましい。

【0098】

また、ボンド磁石の成形時のより良好な成形性を得るために、磁石粉末の粒径分布は、ある程度分散されている（バラツキがある）のが好ましい。これにより、得られたボンド磁石の空孔率を低減することができ、その結果、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を同じとしたときに、ボンド磁石の密度や機械的強度をより高めることができ、磁気特性をさらに向上することができる。

【0099】

なお、得られた磁石粉末に対しては、例えば、粉碎により導入されたひずみの影響の除去、結晶粒径の制御を目的として、熱処理を施すこともできる。この熱処理の条件としては、例えば、 $350 \sim 850^\circ\text{C}$ で、 $0.5 \sim 300$ 分程度とすることができる。

## 【0100】

また、この熱処理は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$  Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中ののような、非酸化性雰囲気中で行うのが好ましい。

## 【0101】

このような磁石粉末を用いてボンド磁石を製造した場合、該磁石粉末は、結合樹脂との結合性（結合樹脂の濡れ性）が良く、そのため、このボンド磁石は、機械的強度が高く、熱安定性（耐熱性）、耐食性が優れたものとなる。従って、当該磁石粉末は、ボンド磁石の製造に適しており、製造されたボンド磁石は、信頼性の高いものとなる。

## 【0102】

以上のような磁石粉末は、平均結晶粒径が 500 nm 以下であるのが好ましく、200 nm 以下であるのがより好ましく、10 ~ 120 nm 程度がさらに好ましい。平均結晶粒径が 500 nm を超えると、磁気特性、特に保磁力および角型性の向上が十分に図れない場合がある。

## 【0103】

特に、磁石材料が前記 [4] のような複合組織を有するものである場合、平均結晶粒径は、1 ~ 100 nm であるのが好ましく、5 ~ 50 nm であるのがより好ましい。平均結晶粒径がこのような範囲の大きさであると、ソフト磁性相 10 とハード磁性相 11 との間で、より効果的に磁気的な交換相互作用を生じることとなり、顕著な磁気特性の向上が認められる。

## 【0104】

## [ボンド磁石およびその製造]

次に、本発明のボンド磁石について説明する。

## 【0105】

本発明のボンド磁石は、好ましくは、前述の磁石粉末を結合樹脂で結合してなるものである。

## 【0106】

結合樹脂（バインダー）としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂のいずれでも

よい。

【0107】

熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリアミド（例：ナイロン6、ナイロン46、ナイロン66、ナイロン610、ナイロン612、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン6-12、ナイロン6-66）、熱可塑性ポリイミド、芳香族ポリエステル等の液晶ポリマー、ポリフェニレンオキシド、ポリフェニレンサルファイド、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体等のポリオレフィン、変性ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリエーテル、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエーテルイミド、ポリアセタール等、またはこれらを主とする共重合体、ブレンド体、ポリマーアロイ等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0108】

これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高いことから、ポリアミド、耐熱性向上の点から、液晶ポリマー、ポリフェニレンサルファイドを主とするものが好ましい。また、これらの熱可塑性樹脂は、磁石粉末との混練性にも優れている。

【0109】

このような熱可塑性樹脂は、その種類、共重合化等により、例えば成形性を重視したものや、耐熱性、機械的強度を重視したものというように、広範囲の選択が可能となるという利点がある。

【0110】

一方、熱硬化性樹脂としては、例えば、ビスフェノール型、ノボラック型、ナフタレン系等の各種エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、ポリエステル（不飽和ポリエステル）樹脂、ポリイミド樹脂、シリコーン樹脂、ポリウレタン樹脂等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0111】

これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高く、耐熱性に優れるという点から、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド樹脂、シリコン樹脂が好ましく、エポキシ樹脂が特に好ましい。また、これらの熱硬化性樹脂は、磁石粉末との混練性、混練の均一性にも優れている。

#### 【0112】

なお、使用される熱硬化性樹脂（未硬化）は、室温で液状のものでも、固形（粉末状）のものでもよい。

#### 【0113】

このような本発明のボンド磁石は、例えば次のようにして製造される。磁石粉末と、結合樹脂と、必要に応じ添加剤（酸化防止剤、潤滑剤等）とを混合、混練（例えば、温間混練）してボンド磁石用組成物（コンパウンド）を製造し、このボンド磁石用組成物を用いて、圧縮成形（プレス成形）、押出成形、射出成形等の成形方法により、無磁場中で所望の磁石形状に成形する。結合樹脂が熱硬化性樹脂の場合には、成形後、加熱等によりそれを硬化する。

#### 【0114】

ここで、前記3種の成形方法のうち、押出成形および射出成形（特に、射出成形）は、形状選択の自由度が広く、生産性が高い等の利点があるが、これらの成形方法では、良好な成形性を得るために、成形機内におけるコンパウンドの十分な流動性を確保しなければならないため、圧縮成形に比べて、磁石粉末の含有量を多くすること、すなわちボンド磁石を高密度化することができない。しかしながら、本発明では、後述するように、高い磁束密度が得られ、そのため、ボンド磁石を高密度化しなくても優れた磁気特性が得られるので、押出成形、射出成形により製造されるボンド磁石にもその利点を享受することができる。

#### 【0115】

ボンド磁石中の磁石粉末の含有量（含有率）は、特に限定されず、通常は、成形方法や、成形性と高磁気特性との両立を考慮して決定される。具体的には、75～99.5wt%程度であるのが好ましく、85～97.5wt%程度であるのがより好ましい。

#### 【0116】

特に、ボンド磁石が圧縮成形により製造されたものの場合には、磁石粉末の含有量は、90～99.5wt%程度であるのが好ましく、93～98.5wt%程度であるのがより好ましい。

【0117】

また、ボンド磁石が押出成形または射出成形により製造されたものの場合には、磁石粉末の含有量は、75～98wt%程度であるのが好ましく、85～97wt%程度であるのがより好ましい。

【0118】

ボンド磁石の密度 $\rho$ は、それに含まれる磁石粉末の比重、磁石粉末の含有量、空孔率等の要因により決定される。本発明のボンド磁石において、その密度 $\rho$ は特に限定されないが、4.5～6.6Mg/m<sup>3</sup>程度であるのが好ましく、5.5～6.4Mg/m<sup>3</sup>程度であるのがより好ましい。

【0119】

本発明では、磁石粉末の磁束密度、保磁力が大きいので、ボンド磁石に成形した場合に、磁石粉末の含有量が多い場合はもちろんのこと、含有量が比較的少ない場合でも、優れた磁気特性（特に、高い最大磁気エネルギー積（B H）<sub>max</sub>）が得られる。

【0120】

本発明のボンド磁石の形状、寸法等は特に限定されず、例えば、形状に関しては、例えば、円柱状、角柱状、円筒状（リング状）、円弧状、平板状、湾曲板状等のあらゆる形状のものが可能であり、その大きさも、大型のものから超小型のものまであらゆる大きさのものが可能である。特に、小型化、超小型化された磁石に有利であることは、本明細書中で度々述べている通りである。

【0121】

本発明のボンド磁石は、保磁力（室温での固有保磁力）H<sub>CJ</sub>が320～1200kA/mであるのが好ましく、400～800kA/mがより好ましい。保磁力が前記下限値未満では、逆磁場がかかったときの減磁が顕著になり、また、高温における耐熱性が劣る。また、保磁力が前記上限値を超えると、着磁性が低下する。従って、保磁力H<sub>CJ</sub>を上記範囲とすることにより、ボンド磁石（特に、円

筒状磁石)に多極着磁等をするような場合に、十分な着磁磁場が得られないときでも、良好な着磁が可能となり、十分な磁束密度が得られ、高性能なボンド磁石を提供することができる。

【0122】

本発明のボンド磁石は、最大磁気エネルギー積 ( $BH$ )<sub>max</sub> が  $40\text{ kJ/m}^3$  以上であるのが好ましく、 $50\text{ kJ/m}^3$  以上であるのがより好ましく、 $70\sim120\text{ kJ/m}^3$  であるのがさらに好ましい。最大磁気エネルギー積 ( $BH$ )<sub>max</sub> が  $40\text{ kJ/m}^3$  未満であると、モータ用に用いた場合、その種類、構造によっては、十分なトルクが得られない。

【0123】

以上説明したように、本実施形態の冷却ロール 5 によれば、ガス抜き手段として溝 54 が設けられているため、周面 53 とパドル 7 との間に侵入したガスを排出することができる。これにより、パドル 7 の浮き上がりが防止され、周面 53 とパドル 7 との密着性が向上する。その結果、冷却速度のバラツキが小さくなり、得られる急冷薄帯 8 においては、高い磁気特性が安定して得られる。

【0124】

したがって、前記急冷薄帯 8 から得られるボンド磁石は、優れた磁気特性を有している。また、ボンド磁石の製造に際し、高密度化を追求しなくても高い磁気特性を得ることができるために、成形性、寸法精度、機械的強度、耐食性、耐熱性等の向上を図ることができる。

【0125】

次に、本発明の冷却ロール 5 の第 2 実施形態について、説明する。

図 9 は、本発明の冷却ロールの第 2 実施形態を示す正面図、図 10 は、図 9 に示す冷却ロールの拡大断面図である。以下、第 2 実施形態の冷却ロールについて、前記第 1 実施形態との相違点を中心に説明し、同様の事項の説明は省略する。

【0126】

図 9 に示すように、溝 54 は、冷却ロール 5 の回転軸 50 を中心とする螺旋状に形成されている。溝 54 がこのような形状であると、比較的容易に、周面 53 全体にわたり溝 54 を形成することができる。例えば、冷却ロール 5 を一定速度

で回転させておき、旋盤等の切削工具を回転軸50に対して平行に、一定速度で移動させながら、冷却ロール5の外周部を切削することによりこのような溝54を形成することができる。

【0127】

なお、螺旋状の溝54は、1条（1本）であっても、2条（2本）以上であってもよい。

【0128】

溝54の長手方向と、冷却ロール5の回転方向とのなす角 $\theta$ （絶対値）は、30°以下であるのが好ましく、20°以下であるのがより好ましい。 $\theta$ が30°以下であると、冷却ロール5のあらゆる周速度において、周面53とパドル7との間に侵入したガスを効率よく排出することができる。

【0129】

周面53上の各部位において、 $\theta$ の値は、一定であっても、一定でなくてもよい。また、溝54を2条以上有する場合、それぞれの溝54について、 $\theta$ は、同一であっても、異なっていてもよい。

【0130】

溝54は、周面53の縁部55において、開口部56で開口している。これにより、周面53とパドル7との間から溝54に排出されたガスがこの開口部56から冷却ロール5の側方へ排出されるため、排出されたガスが再び周面53とパドル7との間に侵入するのを効果的に防止することができる。図示の構成では、溝54は、両縁部に開口しているが、一方の縁部にのみ開口していてもよい。

【0131】

次に、本発明の冷却ロール5の第3実施形態について、説明する。

図11は、本発明の冷却ロールの第3実施形態を示す正面図、図12は、図11に示す冷却ロールの拡大断面図である。以下、第3実施形態の冷却ロールについて、前記第1実施形態、第2実施形態との相違点を中心に説明し、同様の事項の説明は省略する。

【0132】

図11に示すように、周面53上には、螺旋の回転方向が互いに逆向きである

少なくとも2本の溝54が形成されている。これらの溝54は、多点で交差している。

【0133】

このように、螺旋の回転方向が逆向きである溝54が形成されることにより、製造された急冷薄帯8が右巻きの溝から受ける横方向の力と左巻きの溝から受ける横方向の力とが相殺され、急冷薄帯8の図11中の横方向の移動が抑制され、進行方向が安定する。

【0134】

また、図11中、 $\theta_1$ 、 $\theta_2$ で示すそれぞれの回転方向の溝54の長手方向と冷却ロール5の回転方向とのなす角（絶対値）は、前述した $\theta$ と同様な範囲の値であるのが好ましい。

【0135】

次に、本発明の冷却ロール5の第4実施形態について、説明する。

図13は、本発明の冷却ロールの第4実施形態を示す正面図、図14は、図13に示す冷却ロールの拡大断面図である。以下、第4実施形態の冷却ロールについて、前記第1実施形態～第3実施形態との相違点を中心に説明し、同様の事項の説明は省略する。

【0136】

図13に示すように、複数の溝54が、冷却ロール5の周面の幅方向のほぼ中央から両縁部55方向に、ハの字状に形成されている。

【0137】

このような溝54が形成された冷却ロール5を用いた場合、その回転方向との組み合わせにより、周面53とパドル7との間に侵入したガスをより一層高い効率で排出することができる。

【0138】

また、このようなパターンの溝が形成された場合、冷却ロール5の回転に伴って生じる、図13中、左右の両溝54からの力がつりあうことにより、冷却ロール5の幅方向のほぼ中央に急冷薄帯8がよせられるため、急冷薄帯8の進行方向が安定する。

## 【0139】

なお、本発明では、ガス抜き手段の形状等の諸条件は、前述した第1実施形態～第4実施形態に限定されるものではない。

## 【0140】

例えば、溝54は、図15に示すように間欠的に形成されたものであってもよい。また、溝54の断面形状は、特に限定されず、例えば、図16、図17に示すようなものであってもよい。

## 【0141】

また、ガス抜き手段は、前述したような溝に限らず、周面とパドルとの間に侵入したガスを排出する機能を有するものであればいかなるものでもよい。ガス抜き手段としては、この他、例えば、図18、図19に示すような空孔等であってもよい。ガス抜き手段が空孔である場合、これらは、それが独立しているもの（独立孔）であっても、連続しているもの（連続孔）であってもよいが、ガスの排出効率の点から、連続孔であるのが好ましい。

## 【0142】

これらの図に示す冷却ロール5でも、前述した第1実施形態～第4実施形態の冷却ロール5と同様の効果が得られる。

## 【0143】

## 【実施例】

以下、本発明の具体的実施例について説明する。

## 【0144】

## (実施例1)

図1～図3に示す周面にガス抜き手段を有する冷却ロールを製造し、この冷却ロールを備えた図1に示す構成の急冷薄帯製造装置を用意した。

## 【0145】

冷却ロールは、以下のようにして製造した。

まず、銅製のロール基材（直径200mm、幅30mm）を用意し、その周面に切削加工を施し、ほぼ鏡面（表面粗さRa0.07μm）とした。

## 【0146】

その後、さらに、切削加工を施し、ロール基材の回転方向に対し、ほぼ平行な溝を形成した。

【0147】

このロール基材の外周面に、セラミックスであるZrCの表面層をイオンプレーティングにより形成し、図1～図3に示す冷却ロールを得た。

【0148】

このようにして得られた冷却ロール5を備えた急冷薄帯製造装置1を用いて、以下に述べるような方法で合金組成が $(Nd_{0.75}Pr_{0.25}Dy_{0.05})_{9.1}Fe_{bal}Co_{8.5}B_{5.5}$ で表される急冷薄帯を製造した。

【0149】

まず、Nd、Pr、Dy、Fe、Co、Bの各原料を秤量して母合金インゴットを鋳造した。

【0150】

急冷薄帯製造装置1において、底部にノズル（円孔オリフィス）3を設けた石英管内に前記母合金インゴットを入れた。急冷薄帯製造装置1が収納されているチャンバー内を脱気した後、不活性ガス（ヘリウムガス）を導入し、所望の温度および圧力の雰囲気とした。

【0151】

その後、石英管内の母合金インゴットを高周波誘導加熱により溶解し、さらに、冷却ロール5の周速度を27m/秒とし、溶湯6の噴射圧（石英管の内圧と筒体2内における液面の高さに比例してかかる圧力の和と、雰囲気圧との差圧）を40kPa、雰囲気ガスの圧力を60kPaとしたうえで、溶湯6を冷却ロール5の回転軸50のほぼ真上から冷却ロール5の頂部の周面53に向けて噴射し、急冷薄帯8を連続的に作製した。

【0152】

（実施例2～7）

溝の形状を図9、図10に示すようなものとした以外は実施例1と同様にして冷却ロールを製造した。このとき、溝の平均幅、平均深さ、並設された溝の平均ピッチ、溝の長手方向と冷却ロールの回転方向とのなす角θを種々変化させて、

6種の冷却ロールを製造した。なお、いずれも、3本の切削工具を等間隔に設置した旋盤を用いて、併設された溝のピッチが周面上の各部位において、ほぼ一定となるように3条の溝を形成した。実施例1で用いた急冷薄帯製造装置の冷却ロールをこれらの冷却ロールに順次交換し、実施例1と同様にして急冷薄帯を製造した。

#### 【0153】

##### (実施例8)

溝の形状を図11、図12に示すようなものとした以外は実施例2と同様にして冷却ロールを製造し、急冷薄帯製造装置の冷却ロールをこの冷却ロールに交換して、実施例1と同様にして急冷薄帯を製造した。

#### 【0154】

##### (実施例9)

溝の形状を図13、図14に示すようなものとした以外は実施例1と同様にして冷却ロールを製造し、急冷薄帯製造装置の冷却ロールをこの冷却ロールに交換して、実施例1と同様にして急冷薄帯を製造した。

#### 【0155】

##### (比較例)

ロール基材の外周を切削加工によりほぼ鏡面とした後、溝を設けずに、そのまま表面層を形成したものを製造した以外は、実施例1と同様にして冷却ロールを製造し、急冷薄帯製造装置の冷却ロールをこの冷却ロールに交換して、実施例1と同様にして急冷薄帯を製造した。

#### 【0156】

前記実施例1～9および比較例の各冷却ロールの表面層の厚さは、いずれも、 $7 \mu\text{m}$ であった。なお、表面層の形成後、該表面層に対し、機械加工は施さなかった。各冷却ロールについて、溝の幅 $L_1$ （平均値）、深さ $L_2$ （平均値）、並設された溝のピッチ $L_3$ （平均値）、溝の長手方向と冷却ロールの回転方向とのなす角 $\theta$ 、冷却ロールの周面上における溝の占める投影面積の割合、周面の溝を除く部分の表面粗さ $R_a$ の測定値を表1に示す。

#### 【0157】

【表1】

冷却ロールの周面および溝の条件

	平均幅 $L_1$ ( $\mu\text{m}$ )	平均深さ $L_2$ ( $\mu\text{m}$ )	平均ピッチ $L_s$ ( $\mu\text{m}$ )	$\theta$	溝の占める 面積の割合 (%)	表面粗さ $R_a$ ( $\mu\text{m}$ )
実施例 1	15.0	3.2	30.0	0°	50	0.80
実施例 2	5.0	5.0	12.5	3°	40	1.12
実施例 3	9.2	1.5	10.0	5°	92	0.50
実施例 4	27.0	8.0	90.0	10°	30	2.10
実施例 5	30.0	2.0	50.0	15°	60	0.55
実施例 6	15.0	1.8	20.0	20°	75	0.60
実施例 7	6.4	4.0	8.0	28°	80	0.95
実施例 8	9.5	2.5	15.0	$\theta_1=15^\circ$ $\theta_2=15^\circ$	58	0.63
実施例 9	20.0	1.5	30.0	$\theta_1=10^\circ$ $\theta_2=20^\circ$	63	0.45
比較例	-	-	-	-	-	0.08

## 【0158】

前記実施例1～9および比較例の急冷薄帯に対し、それぞれ、下記①および②の評価を行った。

## 【0159】

## ①急冷薄帯の磁気特性

それぞれの急冷薄帯について、長さ約5cmの急冷薄帯を取り出し、さらにそこから長さ約7mmのサンプルを5サンプル連続して作製し、それぞれのサンプルについて平均厚さ $t$ および磁気特性を測定した。

## 【0160】

平均厚さ $t$ は、マイクロスコープにより1サンプルにつき20箇所の測定点で測定し、これを平均した値とした。磁気特性は、振動試料型磁力計(VSM)を用いて保磁力 $H_{cJ}$ (kA/m)および最大磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ (kJ/m<sup>3</sup>)を測定した。測定に際しては、急冷薄帯の長軸方向を印加磁界方向とした。なお、反磁界補正は行わなかった。

## 【0161】

## ②ボンド磁石の磁気特性

それぞれの急冷薄帯に対し、アルゴンガス雰囲気中で、675°C×300秒の熱処理を施した。

## 【0162】

これら熱処理を施した急冷薄帯を粉碎し、平均粒径 70  $\mu$  mの磁石粉末を得た。

【0163】

このようにして得られた磁石粉末について、その相構成を分析するため、Cu-K $\alpha$ を用い回折角20°～60°にてX線回折を行った。回折パターンからハード磁性相である  $R_2$  (Fe · Co)<sub>14</sub>B型相と、ソフト磁性相である  $\alpha$ -(Fe, Co)型相の回折ピークが確認でき、透過型電子顕微鏡(TEM)による観察結果から、いずれも、複合組織(ナノコンポジット組織)を形成していることが確認された。また、各磁石粉末について、各相の平均結晶粒径を測定した。

【0164】

次に、各磁石粉末とエポキシ樹脂とを混合し、ボンド磁石用組成物(コンパウンド)を作製した。このとき、磁石粉末とエポキシ樹脂との配合比率(重量比)は、各サンプルについてほぼ等しい値とした。すなわち、各サンプル中の磁石粉末の含有量(含有率)は、約97.5 wt %であった。

【0165】

次いで、このコンパウンドを粉碎して粒状とし、この粒状物を秤量してプレス装置の金型内に充填し、室温において、圧力700 MPaで圧縮成形(無磁場中)して、成形体を得た。離型後、175°Cで加熱硬化させて、直径10 mm × 高さ8 mmの円柱状のボンド磁石を得た。

【0166】

これらのボンド磁石について、磁場強度3.2 MA/mのパルス着磁を施した後、直流自記磁束計(東英工業(株)製、TRF-5BH)にて最大印加磁場2.0 MA/mで磁気特性(磁束密度B<sub>r</sub>、保磁力H<sub>cJ</sub>および最大磁気エネルギー積(BH)<sub>max</sub>)を測定した。測定時の温度は、23°C(室温)であった。

【0167】

これらの結果を表2～表4に示す。

【0168】

【表2】

急冷薄帯の平均厚さと磁気特性（実施例1～7）

	サンプル No.	平均厚さ ( $\mu$ m)	$H_{cJ}$ (kA/m)	$B_r$ (T)	$(BH)_{max}$ (kJ/m <sup>3</sup> )
実施例1	1	19	555	1.06	160
	2	19	550	1.05	156
	3	18	545	1.06	158
	4	18	548	1.06	160
	5	19	552	1.05	157
実施例2	1	20	560	1.04	152
	2	19	555	1.05	155
	3	19	553	1.05	153
	4	20	561	1.05	154
	5	19	556	1.04	150
実施例3	1	22	570	1.02	150
	2	21	562	1.03	149
	3	20	558	1.02	149
	4	22	569	1.01	152
	5	21	560	1.02	151
実施例4	1	25	554	0.96	138
	2	19	538	0.98	142
	3	24	550	0.96	140
	4	20	542	0.97	143
	5	21	545	0.97	137
実施例5	1	20	562	1.04	155
	2	20	560	1.04	152
	3	21	564	1.03	153
	4	20	560	1.04	151
	5	21	565	1.03	150
実施例6	1	17	528	1.05	159
	2	18	535	1.05	158
	3	18	532	1.05	155
	4	17	529	1.06	157
	5	18	533	1.05	155
実施例7	1	21	559	1.03	156
	2	22	563	1.03	153
	3	20	557	1.04	154
	4	20	556	1.04	151
	5	20	558	1.04	152

【0169】

【表3】

急冷薄帯の平均厚さと磁気特性（実施例8、9、比較例）

	サンプル No.	平均厚さ ( $\mu\text{m}$ )	$H_{cJ}$ ( $\text{kA/m}$ )	$B_r$ (T)	$(BH)_{max}$ ( $\text{kJ/m}^3$ )
実施例8	1	19	548	1.05	149
	2	20	553	1.03	150
	3	21	545	1.04	152
	4	19	549	1.04	151
	5	21	555	1.02	154
実施例9	1	21	560	1.02	149
	2	22	562	1.01	148
	3	20	555	1.01	150
	4	19	557	1.03	148
	5	21	563	1.02	147
比較例	1	30	413	0.72	59
	2	18	235	0.90	72
	3	20	370	0.81	75
	4	28	330	0.78	63
	5	17	210	0.65	55

【0170】

【表4】

磁石粉末の平均結晶粒径とポンド磁石の磁気特性

	平均結晶 粒径 (nm)	$H_{cJ}$ ( $\text{kA/m}$ )	$B_r$ (T)	$(BH)_{max}$ ( $\text{kJ/m}^3$ )
実施例1	28	550	0.88	115
実施例2	29	558	0.87	110
実施例3	35	565	0.85	104
実施例4	40	545	0.81	94
実施例5	33	562	0.86	107
実施例6	27	532	0.88	112
実施例7	32	559	0.87	108
実施例8	30	550	0.87	106
実施例9	34	560	0.85	103
比較例	65	355	0.68	48

【0171】

表2および表3から明らかなように、実施例1～9の急冷薄帯では、磁気特性のバラツキが小さく、全体として磁気特性が高い。これは、以下のようないるものであると推定される。

## 【0172】

実施例1～9の冷却ロールは、その周面上に、ガス抜き手段を有している。そのため、周面とパドルとの間に侵入したガスが効率よく排出され、周面とパドルとの密着性が向上し、急冷薄帯のロール面への巨大ディンプルの発生が防止または抑制される。これにより、急冷薄帯の各部位における冷却速度の差が小さくなり、得られる急冷薄帯における結晶粒径のバラツキが小さくなり、その結果、磁気特性のバラツキも小さくなるものであると考えられる。

## 【0173】

これに対し、比較例の急冷薄帯では、連続した急冷薄帯から切り出したサンプルであるにもかかわらず、磁気特性のバラツキが大きい。これは、以下のような理由によるものであると推定される。

## 【0174】

周面とパドルとの間に侵入したガスは、そのまま残留し、急冷薄帯のロール面に巨大なディンプルが形成される。このため、周面に密着した部位における冷却速度は大きいのに対し、ディンプルが形成された部位における冷却速度は低下し、結晶粒径の粗大化が起こる。その結果、得られる急冷薄帯の磁気特性のバラツキは大きくなると考えられる。

## 【0175】

また、表4から明らかなように、実施例1～9のボンド磁石では、優れた磁気特性が得られているのに対し、比較例のボンド磁石は、低い磁気特性しか有していない。

## 【0176】

これは、実施例1～9では、磁気特性が高く、かつ磁気特性のバラツキの小さい急冷薄帯から得られる磁石粉末を用いているのに対し、比較例では、磁気特性のバラツキの大きい急冷薄帯から得られる磁石粉末を用いているため、全体としての磁気特性が低下しているものであると考えられる。

## 【0177】

## 【発明の効果】

以上述べたように、本発明によれば、次のような効果が得られる。

## 【0178】

- 冷却ロールの周面にガス抜き手段が設けられているため、周面と溶湯のパドルとの密着性が向上し、高い磁気特性が安定して得られる。

## 【0179】

- 特に、表面層の形成材料、厚さ、ガス抜き手段の形状等を好適な範囲に設定することにより、さらに優れた磁気特性が得られる。

## 【0180】

- 磁石粉末がソフト磁性相とハード磁性相とを有する複合組織で構成されることにより、磁化が高く、優れた磁気特性を発揮し、特に固有保磁力と角型性が改善される。

## 【0181】

- 高い磁束密度が得られるので、等方性であっても、高磁気特性を持つボンド磁石が得られる。特に、従来の等方性ボンド磁石に比べ、より小さい体積のボンド磁石で同等以上の磁気性能を発揮することができるので、より小型で高性能のモータを得ることが可能となる。

## 【0182】

- また、高い磁束密度が得られることから、ボンド磁石の製造に際し、高密度化を追求しなくても十分に高い磁気特性を得ることができ、その結果、成形性の向上と共に、寸法精度、機械的強度、耐食性、耐熱性（熱的安定性）等のさらなる向上が図れ、信頼性の高いボンド磁石を容易に製造することができる。

## 【0183】

- 着磁性が良好なので、より低い着磁磁場で着磁することができ、特に多極着磁等を容易かつ確実に行うことができ、かつ高い磁束密度を得ることができる。

## 【0184】

- 高密度化を要求されないことから、圧縮成形法に比べて高密度の成形がしにくい押出成形法や射出成形法によるボンド磁石の製造にも適し、このような成形方法で成形されたボンド磁石でも、前述したような効果が得られる。よって、ボンド磁石の成形方法の選択の幅、さらには、それによる形状選択の自由度が広がる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の冷却ロールの第1実施形態と、その冷却ロールを用いて薄帯状磁石材料を製造する装置（急冷薄帯製造装置）の構成例とを模式的に示す斜視図である。

【図2】

図1に示す冷却ロールの正面図である。

【図3】

図1に示す冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図4】

ガス抜き手段の形成方法を説明するための図である。

【図5】

ガス抜き手段の形成方法を説明するための図である。

【図6】

本発明の磁石粉末における複合組織（ナノコンポジット組織）の一例を模式的に示す図である。

【図7】

本発明の磁石粉末における複合組織（ナノコンポジット組織）の一例を模式的に示す図である。

【図8】

本発明の磁石粉末における複合組織（ナノコンポジット組織）の一例を模式的に示す図である。

【図9】

本発明の冷却ロールの第2実施形態を模式的に示す正面図である。

【図10】

図9に示す冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図11】

本発明の冷却ロールの第3実施形態を模式的に示す正面図である。

【図12】

図11に示す冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図13】

本発明の冷却ロールの第4実施形態を模式的に示す正面図である。

【図14】

図13に示す冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図15】

本発明の冷却ロールの他の実施形態を模式的に示す正面図である。

【図16】

本発明の冷却ロールの他の実施形態の周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図17】

本発明の冷却ロールの他の実施形態の周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図18】

本発明の冷却ロールの他の実施形態を模式的に示す正面図である。

【図19】

図18に示す冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図20】

従来の薄帯状磁石材料を単ロール法により製造する装置（急冷薄帯製造装置）における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図である。

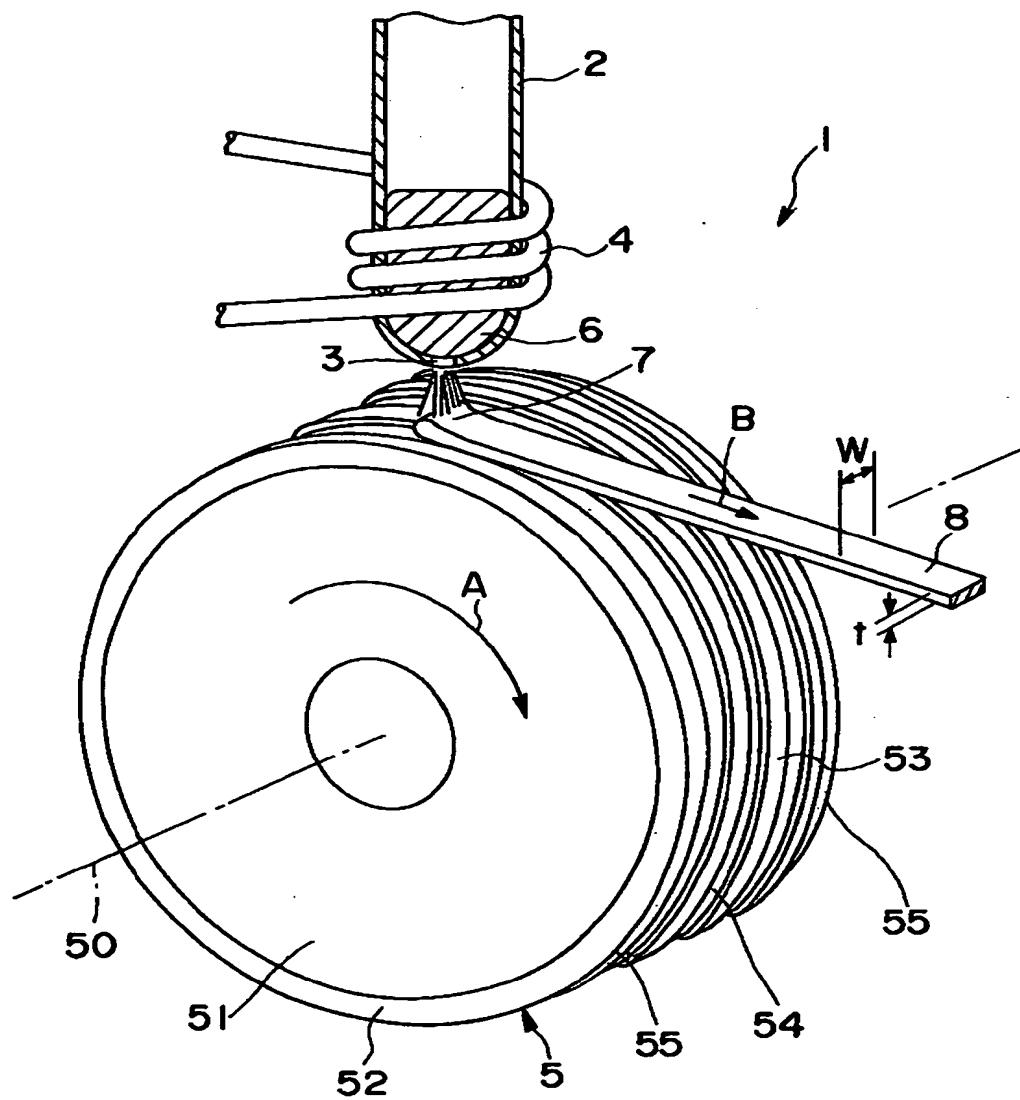
【符号の説明】

1	急冷薄帯製造装置
2	筒体
3	ノズル
4	コイル
5、500	冷却ロール
50	回転軸
51	ロール基材
52	表面層

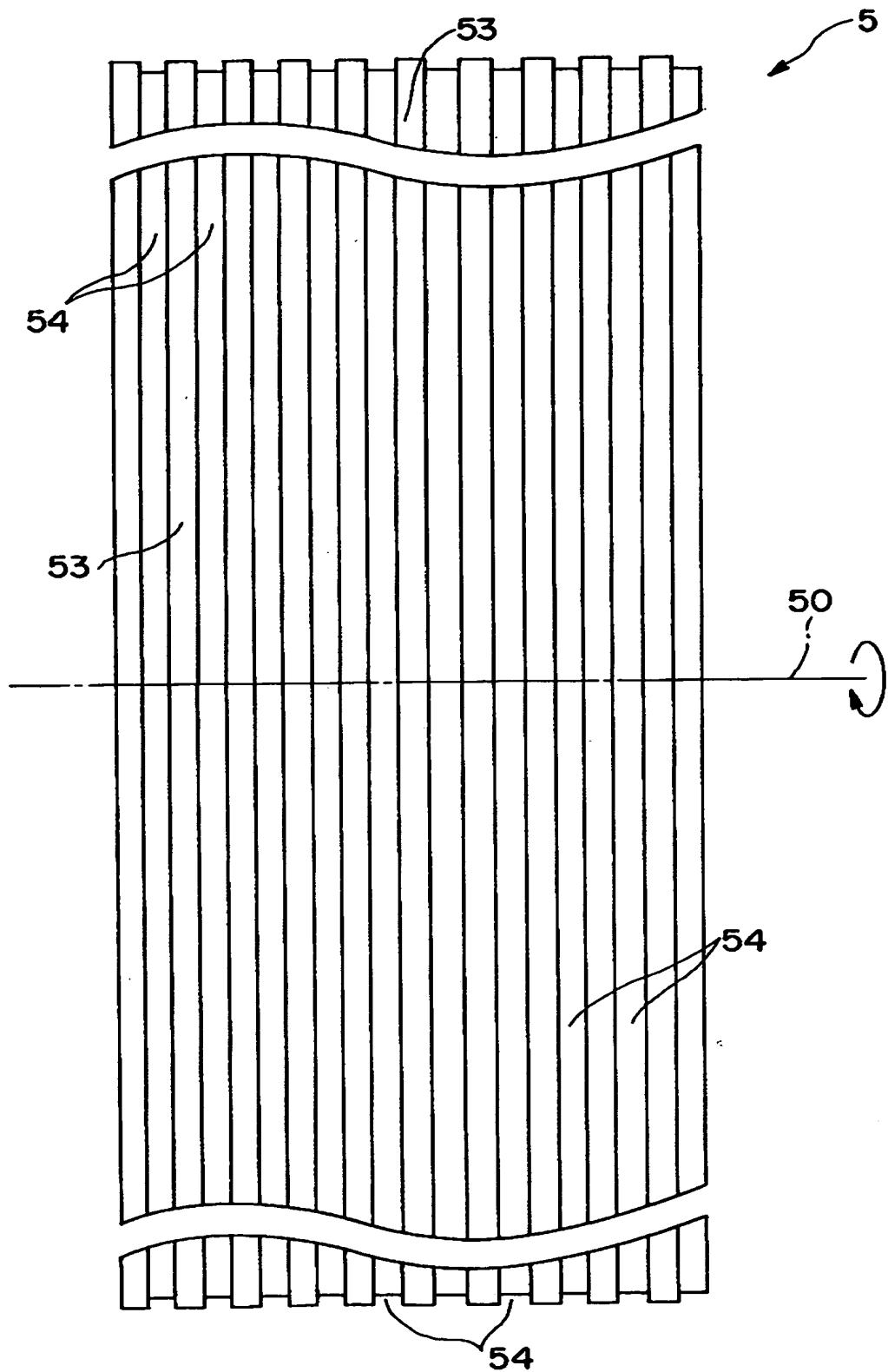
- 53、530 周面
- 54 溝
- 55 縁部
- 56 開口部
- 57 空孔
- 6、60 溶湯
- 7、70 パドル
- 710 凝固界面
- 8、80 急冷薄帯
- 81、810 ロール面
- 82 フリー面
- 9 ディンプル
- 10 ソフト磁性相
- 11 ハード磁性相

【書類名】図面

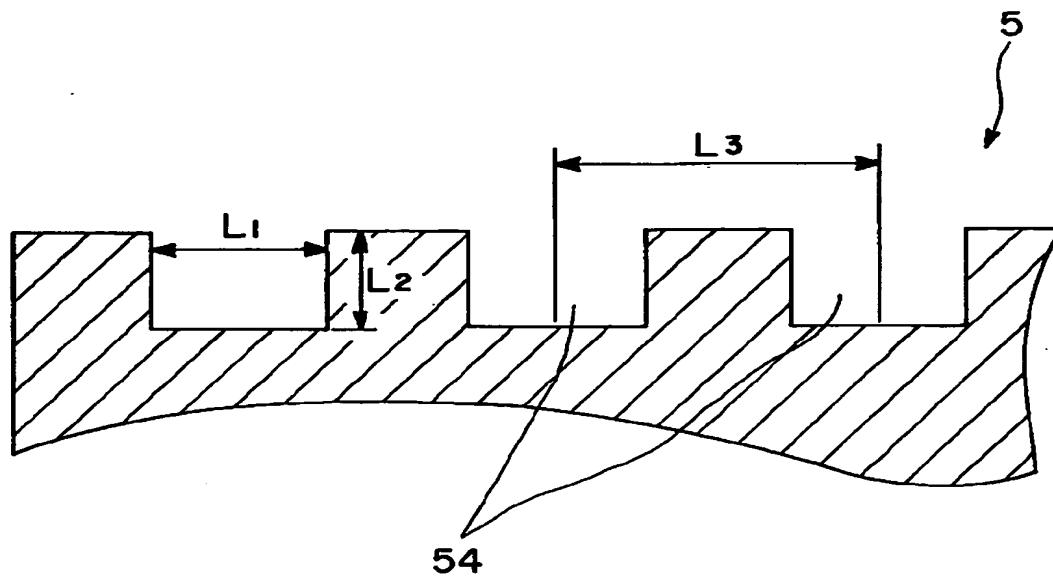
【図1】



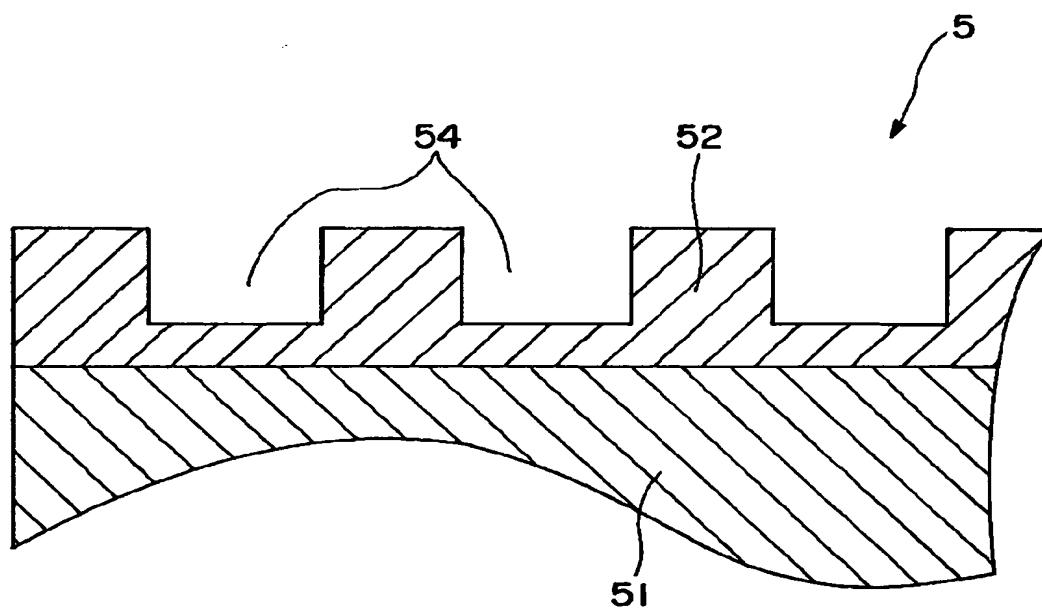
【図2】



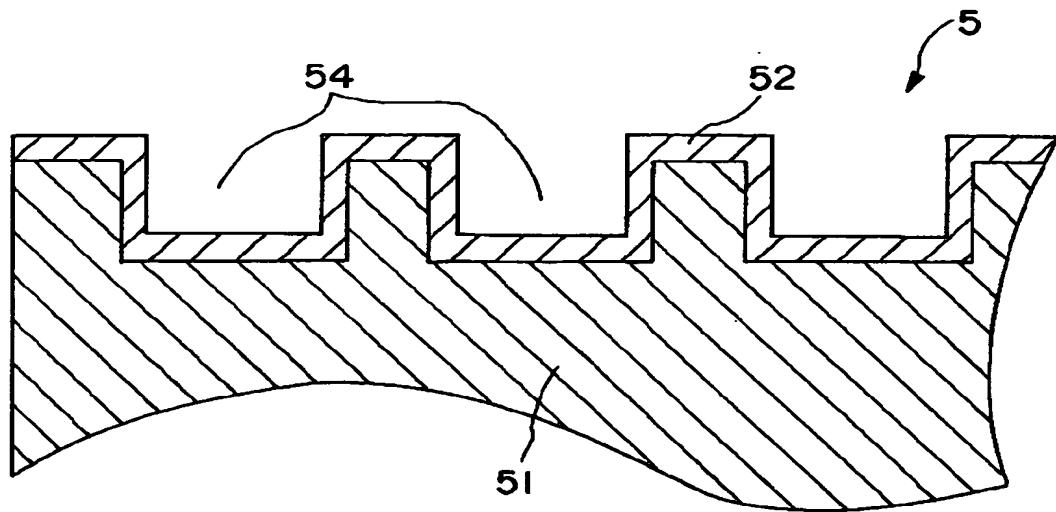
【図3】



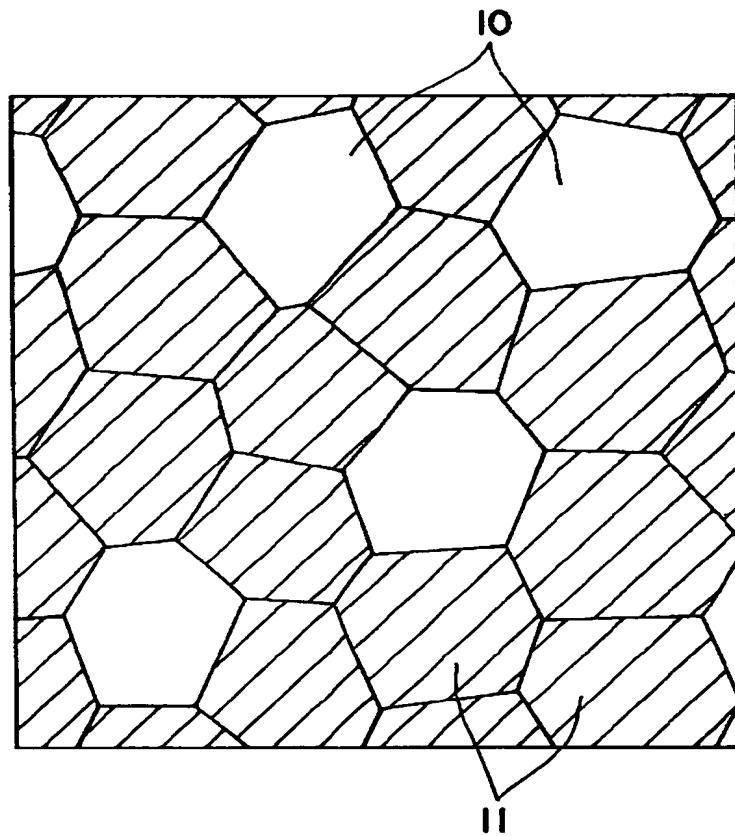
【図4】



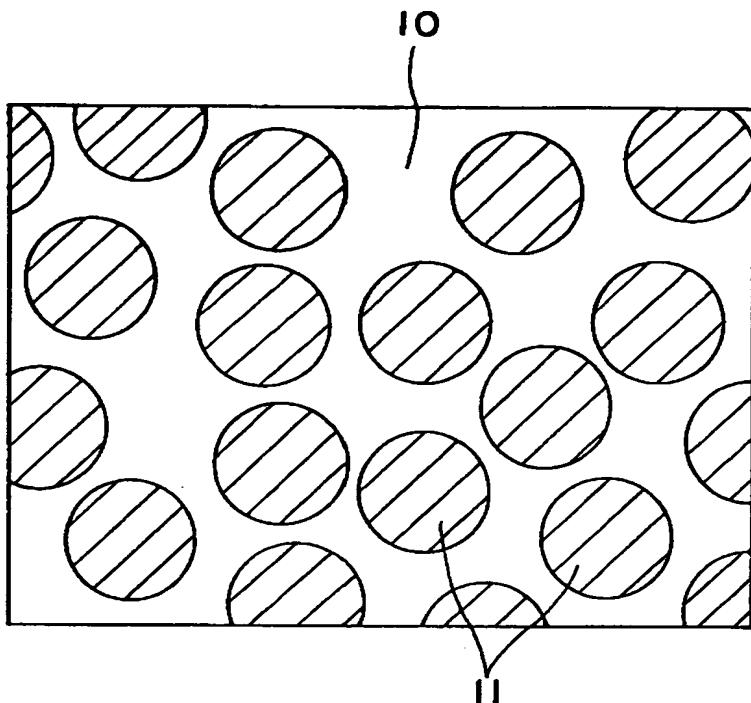
【図5】



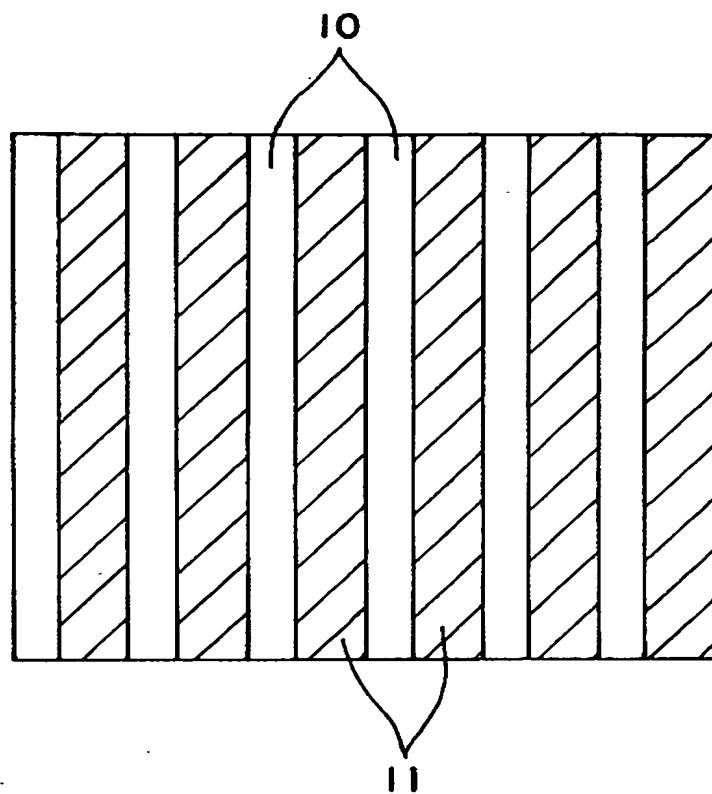
【図6】



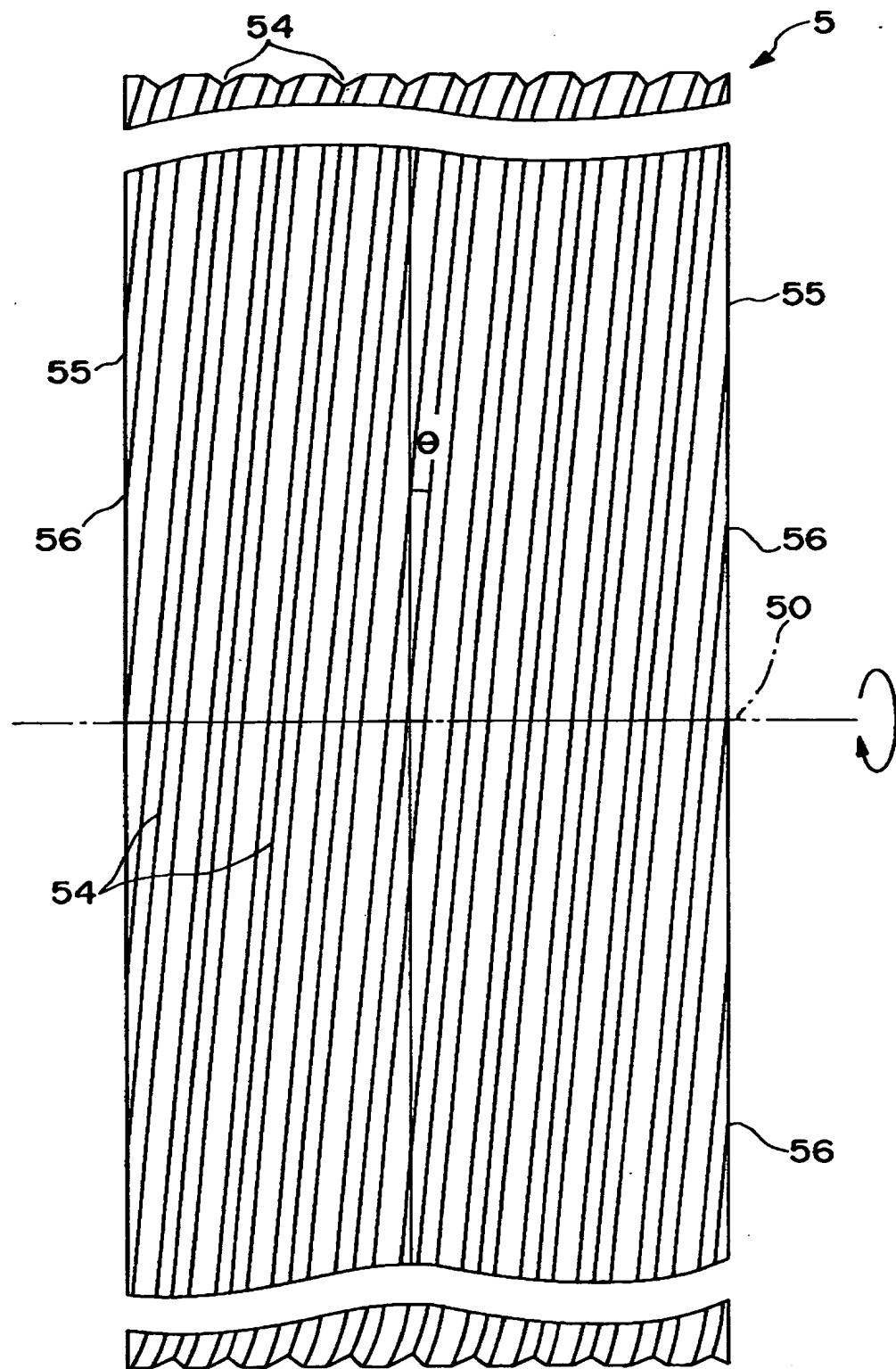
【図7】



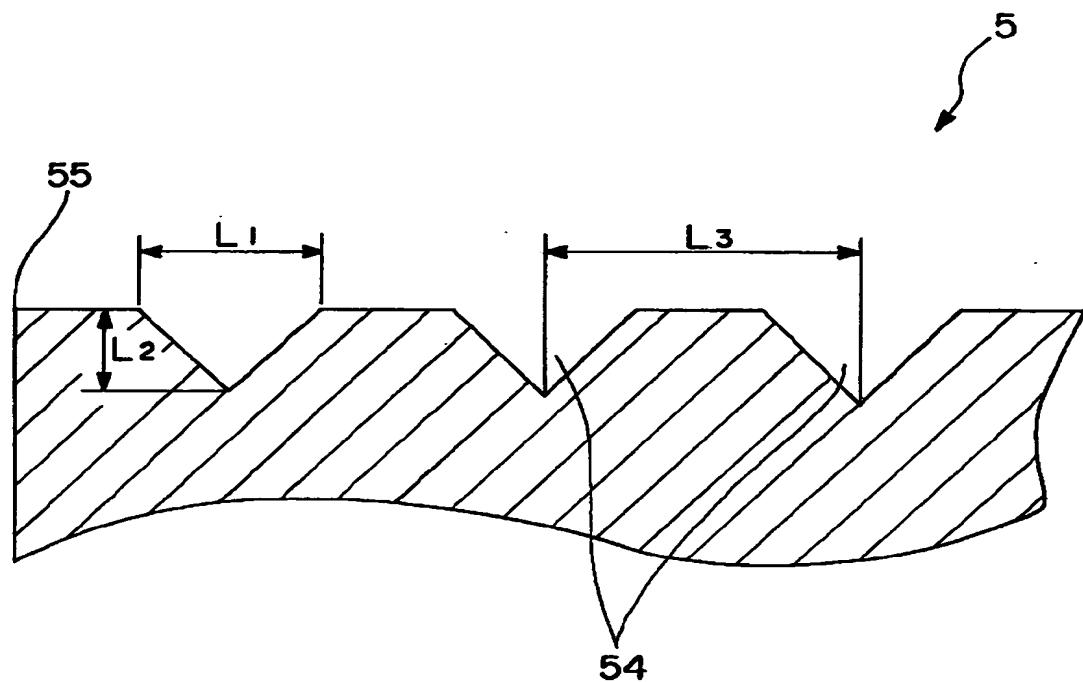
【図8】



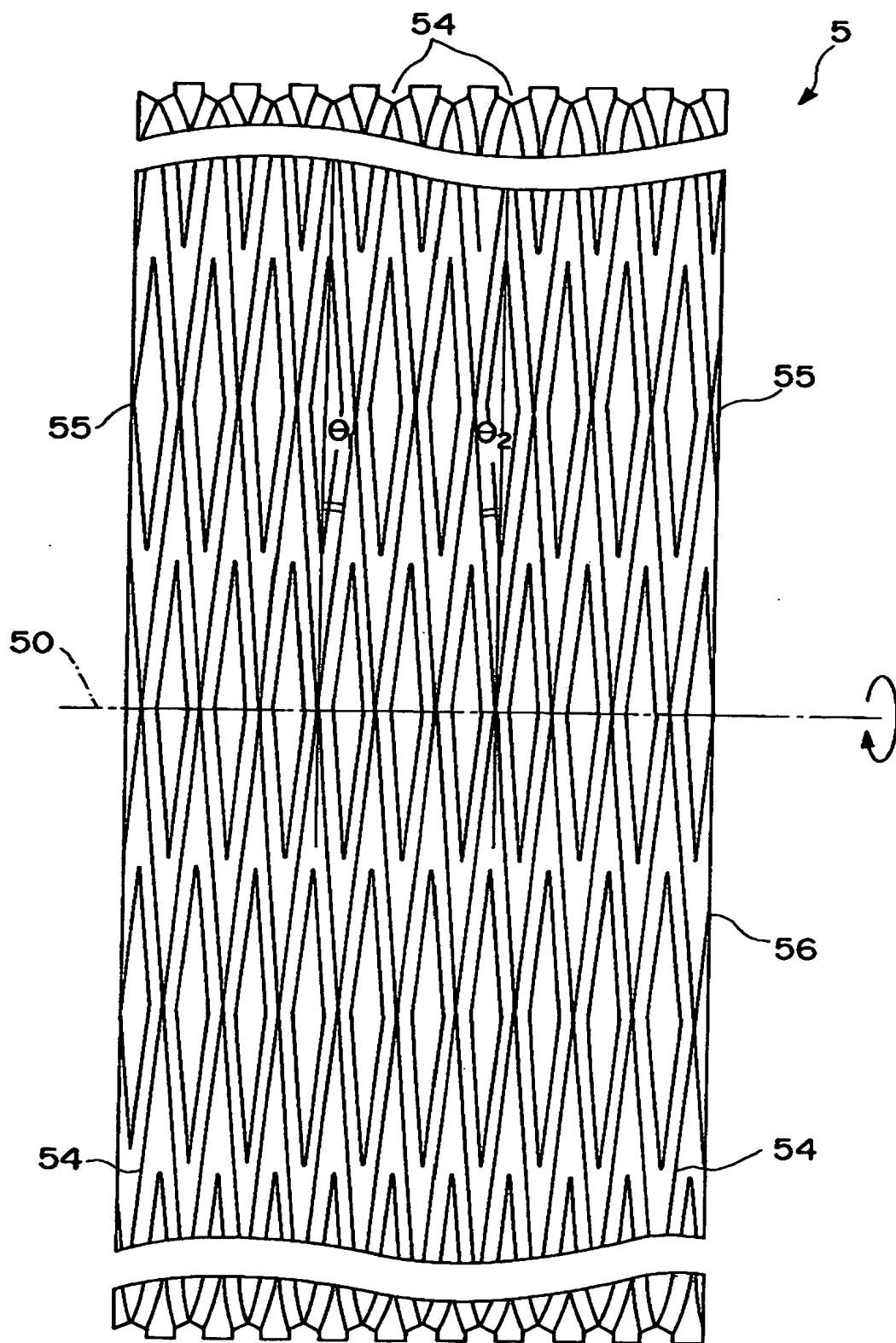
【図9】



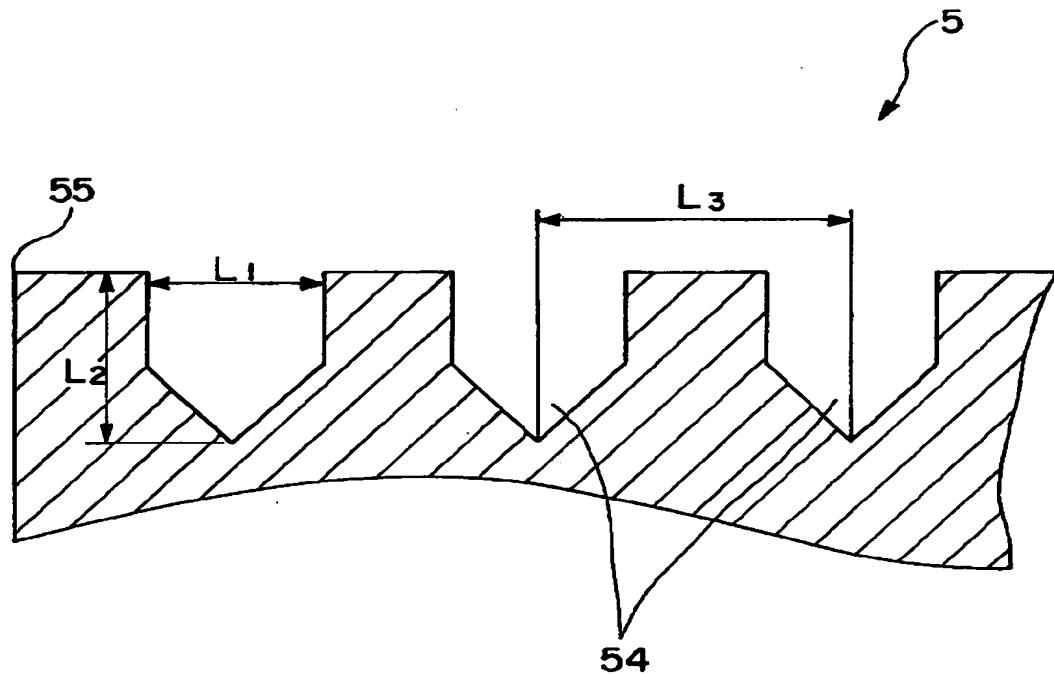
【図10】



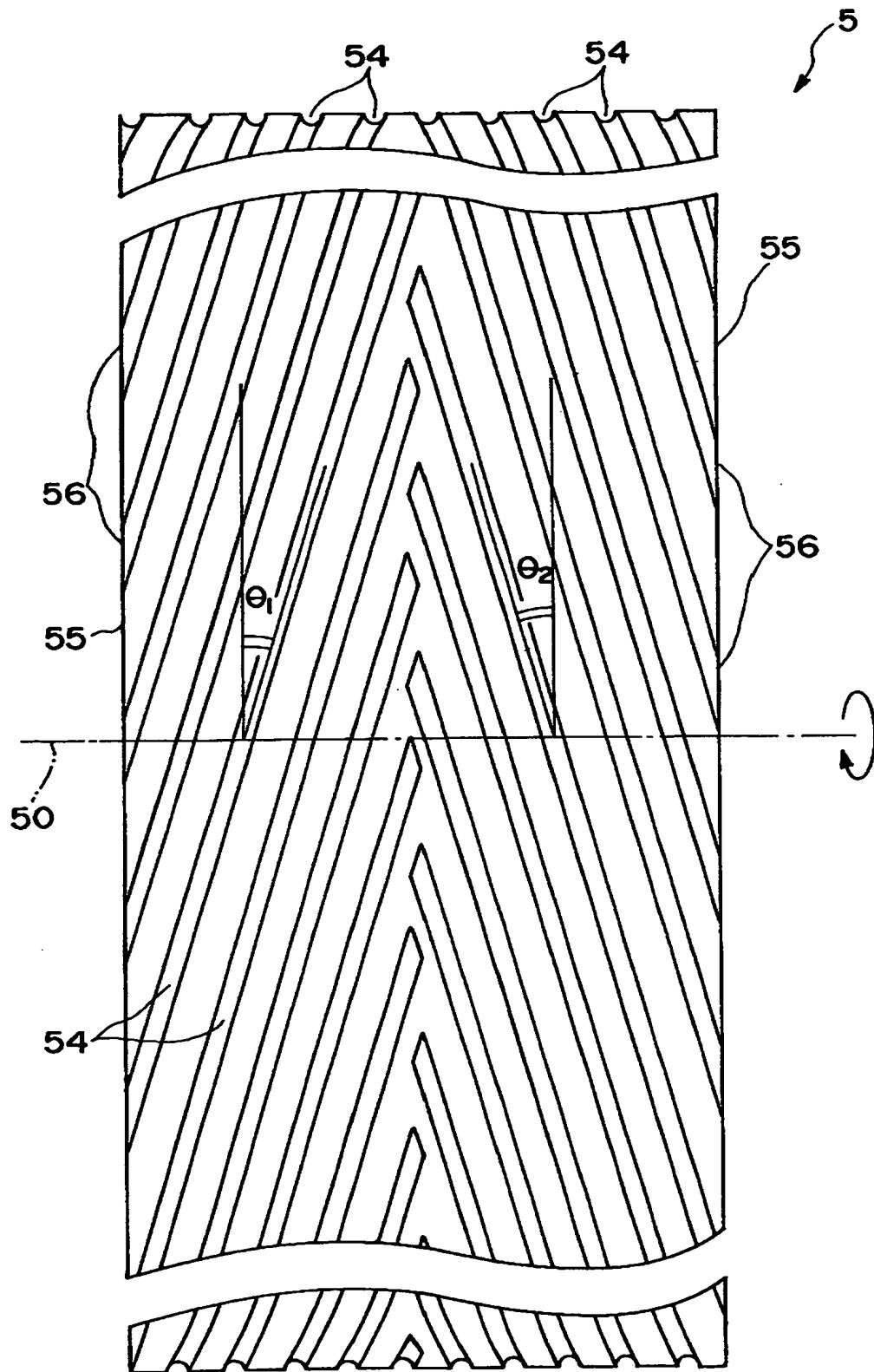
【図11】



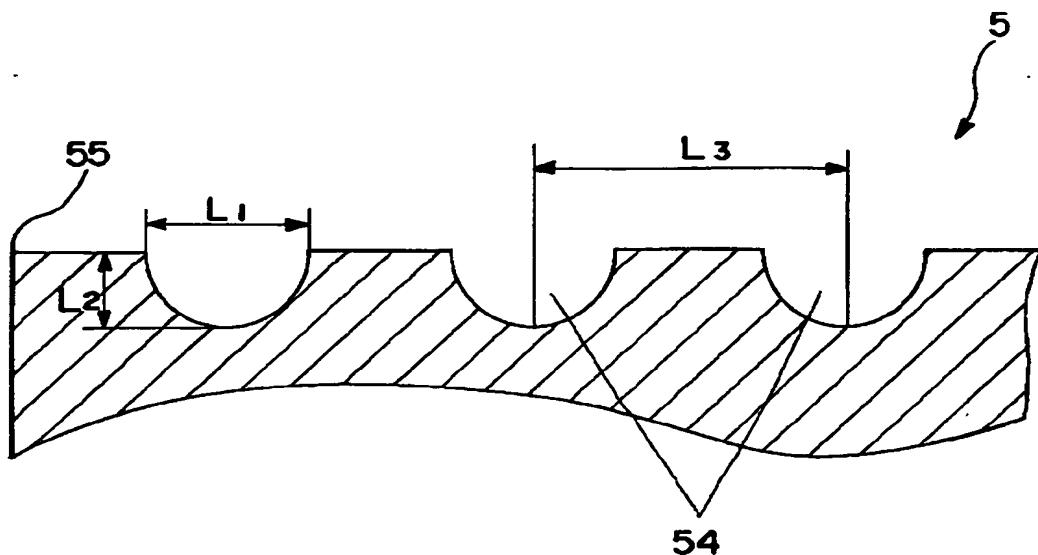
【図12】



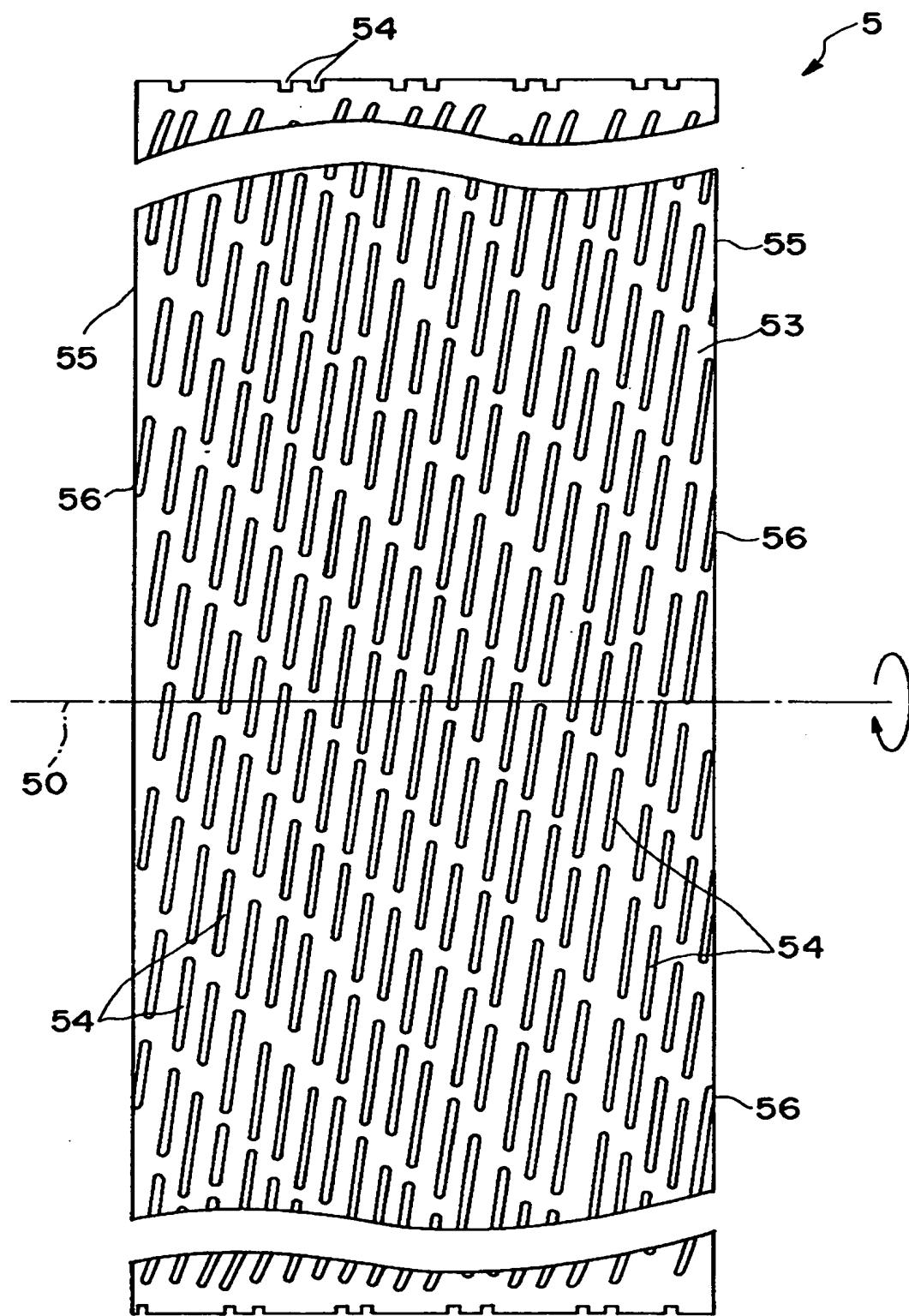
【図13】



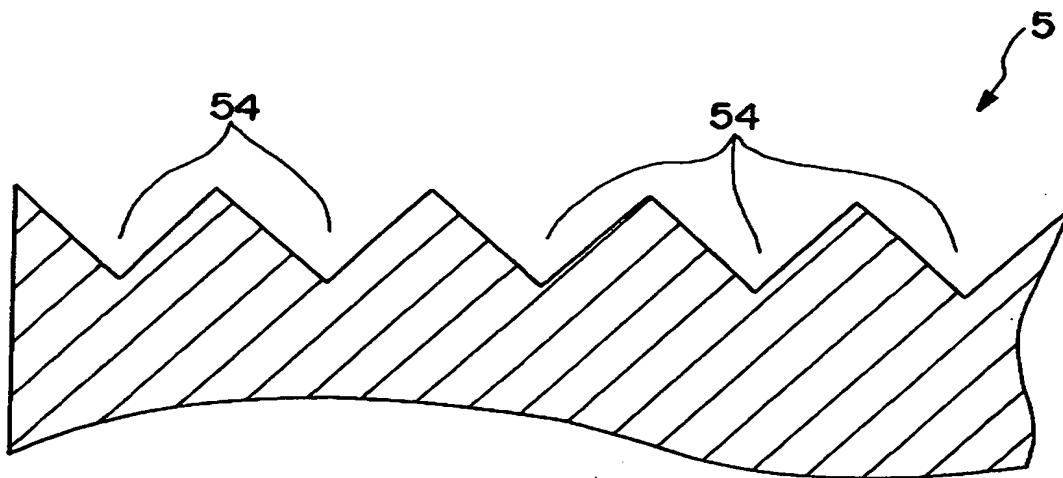
【図14】



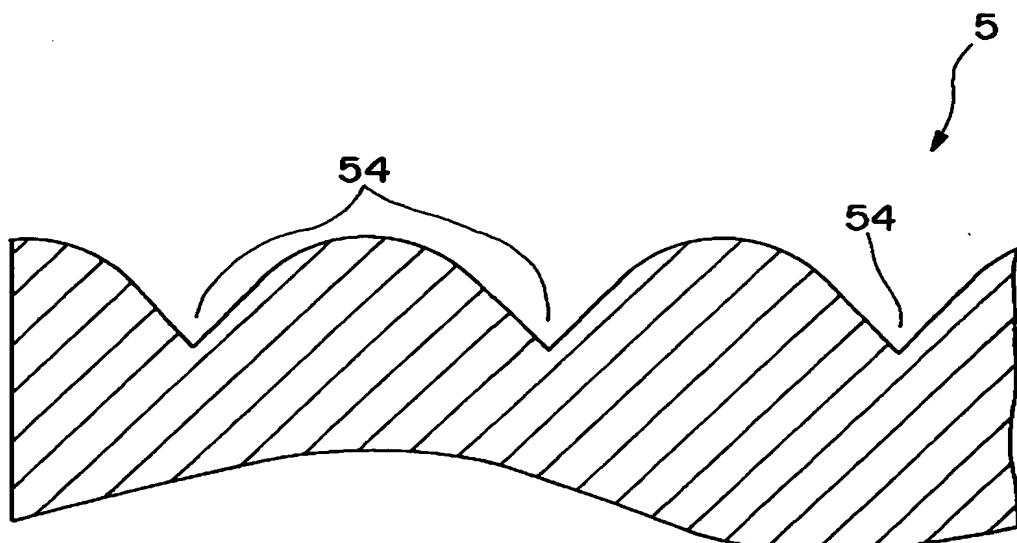
【図15】



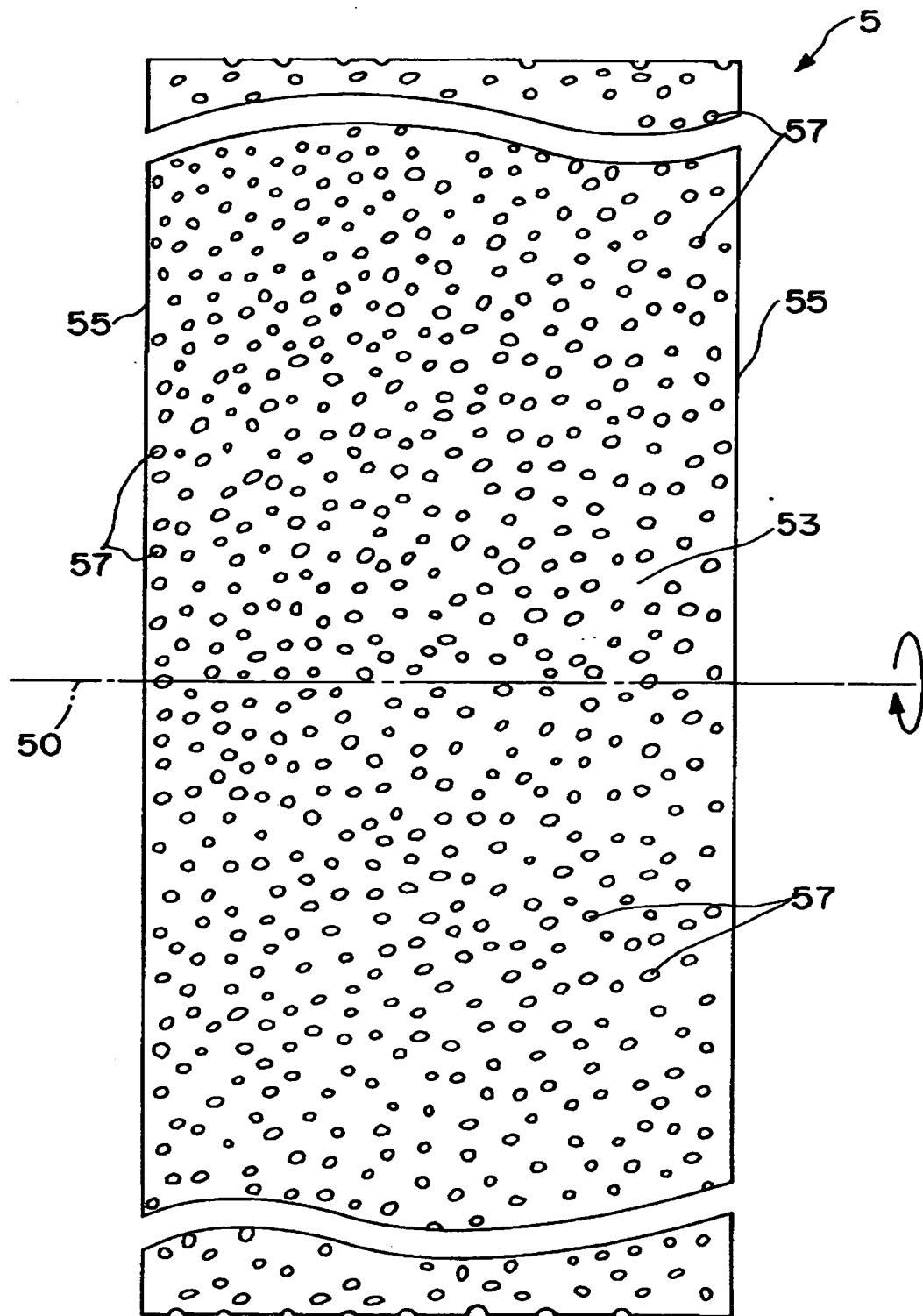
【図16】



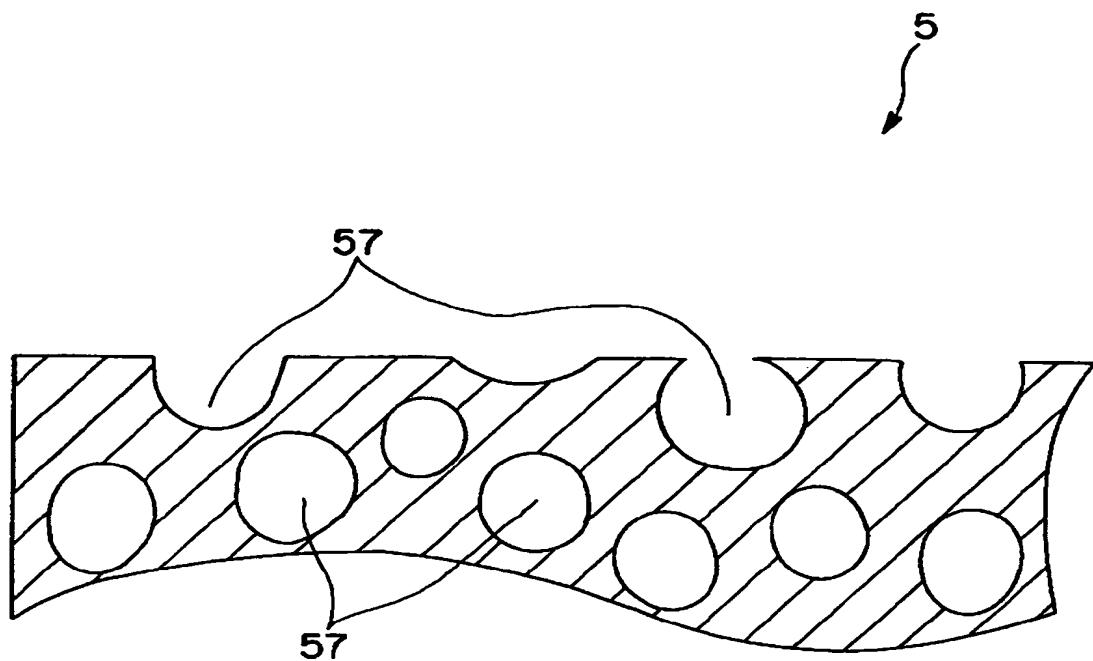
【図17】



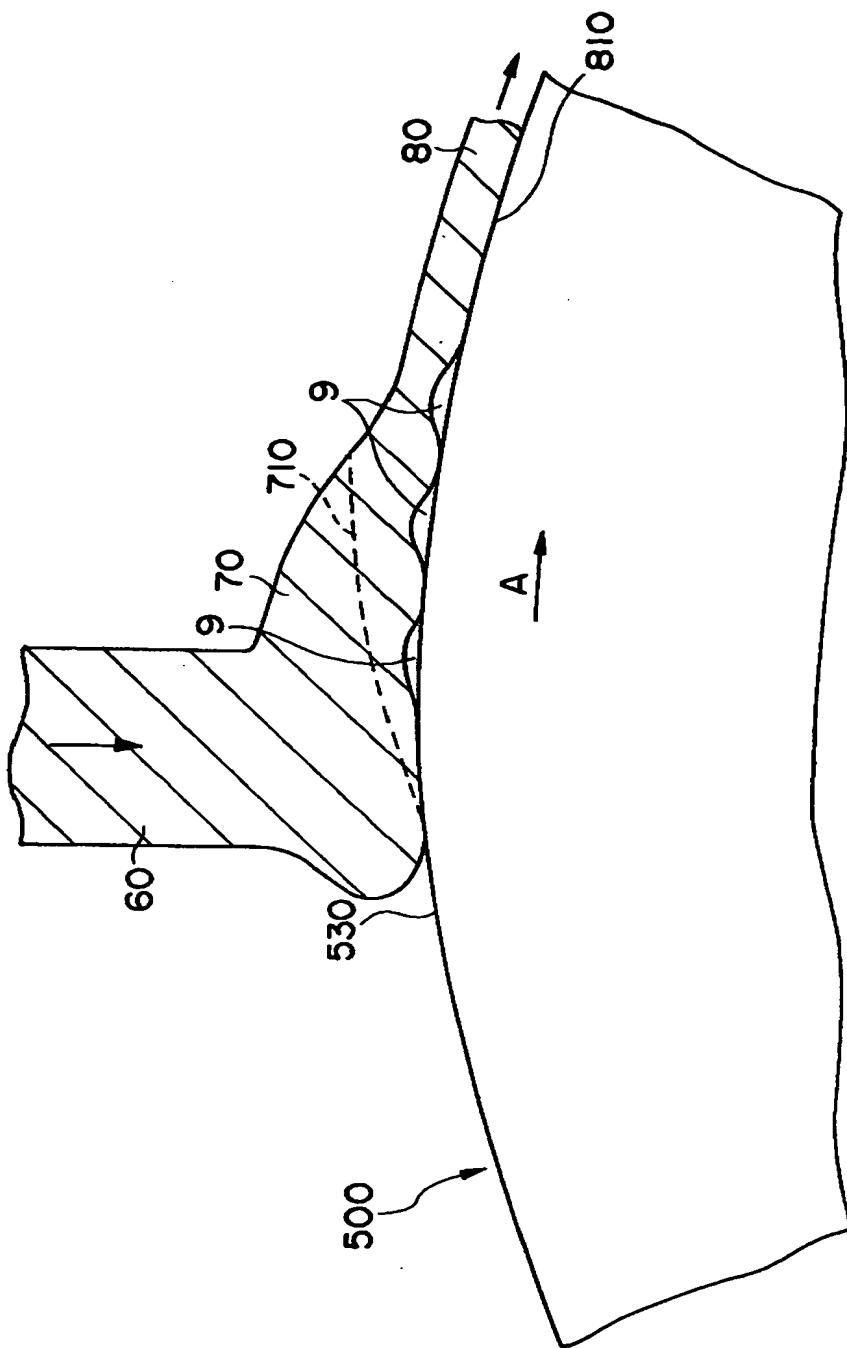
【図18】



【図19】



【図20】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】磁気特性が優れ、信頼性に優れた磁石を提供することができる冷却ロール、薄帯状磁石材料、磁石粉末およびボンド磁石を提供すること。

【解決手段】急冷薄帯製造装置1は、筒体2と、加熱用のコイル4と、冷却ロール5とを備えている。筒体2の下端には、磁石材料の溶湯6を射出するノズル3が形成されている。冷却ロール5の周面53には、ガス抜き手段が設けられている。急冷薄帯8は、ヘリウムガスのような不活性ガス（雰囲気ガス）中で、溶湯6をノズル3から射出し、冷却ロール5の周面53に衝突させ、冷却固化することにより製造される。この場合、冷却ロール5の周面53とパドル7との間にガスが侵入するが、ガス抜き手段により、このガスは、周面53とパドル7との間から排出される。

【選択図】図1

出願人履歴情報

識別番号 [000002369]

1. 変更年月日 1990年 8月20日

[変更理由] 新規登録

住所 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

氏名 セイコーエプソン株式会社